

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA - UFSC  
FLORIANÓPOLIS - SC  
PROGRAMA DE PÓS – GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA  
MESTRADO ACADÊMICO  
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO – DENTÍSTICA  
TURMA: 2010/ 2011

Gustavo Siedschlag

**INFLUÊNCIA DA LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO E DO  
MÉTODO DE SECAGEM DO SILANO SOBRE A UNIÃO  
RESINA-CERÂMICA**

Dissertação submetida ao Programa de Pós -  
Graduação em Odontologia da Universidade  
Federal de Santa Catarina como requisito para a  
obtenção do Grau de Mestre em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Élio Araújo  
Co-orientadora: Profa. Dra. Renata Gondo Machado

Florianópolis

2012



Catálogo na fonte pela Biblioteca Universitária da  
Universidade Federal de Santa Catarina

S571i Siedschlag, Gustavo

Influência da limpeza pós-condicionamento e do método de secagem do silano sobre a união resina-cerâmica [dissertação] / Gustavo Siedschlag ; orientador, Élito Araújo. - Florianópolis, SC, 2012.

93 p.: il., grafs., tabs.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós- Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Cimentos dentários. 3. Resinas dentárias. 4. Cerâmica odontológica. I. Araújo, Élito. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDU 616.314

Gustavo Siedschlag

**INFLUÊNCIA DA LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO E DO  
MÉTODO DE SECAGEM DO SILANO SOBRE A UNIÃO  
RESINA-CERÂMICA**

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Dentística”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 23 de fevereiro de 2012.

---

Prof., Dr. Ricardo de Souza Magini  
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia

**Banca Examinadora:**

---

Prof., Dr. Élito Araújo  
Orientador  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof., Dr. Gilberto Müller Arcari,  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof., Dr. Roselaine Terezinha Pozzobon,  
Universidade Federal de Santa Maria



Dedico este trabalho aos meus pais...

*Jackson Siedschlag*  
*e*  
*Ana Cristina Siedschlag*



## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus e a meus pais Jackson Siedschlag e Ana Cristina Siedschlag. Vocês possibilitaram todas as minhas experiências desde a infância até dentro da odontologia. Não foi fácil, muito menos barato. Essa dissertação é a prova de que todos os sacrifícios valem a pena. E que, mesmo longe, somos inseparáveis! Espero um dia poder fazer aos meus filhos o que vocês fazem por mim... AMO VOCÊS!

Ao meu irmão Bruno, por ser essa pessoa tão especial e completar nossa família, amo você irmão!

A minha universidade de origem, UNIVILLE, e seus professores, por terem me fornecido uma base sólida e ainda ter possibilitado umas das maiores experiências (pessoal e profissional) da minha vida, que foi o intercâmbio de quatro meses para a Alemanha. Morar sozinho num país de primeiro mundo, pesquisar materiais pela primeira vez em laboratório de ponta, escrever e publicar artigo científico internacional, conhecer a realidade clínica e cotidiana de uma nação que tem muito a ensinar, foram marcantes em minha vida e são refletidas diariamente (às vezes, não compreendido por alguns), mas dão estímulo a tudo isso.

Lá mesmo (na Alemanha), conheci um grande cara, era o Renan Belli. Logo ficamos amigos e fazíamos praticamente tudo juntos. Ele foi o responsável por eu ter feito o mestrado, e ainda aqui na UFSC, onde estão meus ídolos. Ele me fez acreditar que eu tinha capacidade de entrar, pois mesmo naquele ponto da minha carreira profissional eu achava que estar aqui era impossível, visto a qualidade e o renome que este curso possui. Em poucas semanas eu já era seu fã, pois vi alguns de seus trabalhos e na hora percebi o carinho, o cuidado e mais, a responsabilidade que ele demonstrava diariamente. Acho que a minha “cara-de-pau”, aliada com a timidez dele, fez com que mantivéssemos um equilíbrio que continua até hoje.

Ao querido prof. Élio Araújo, meu orientador de dissertação. Você foi, desde o princípio, meu pilar dentro da pós-graduação. Obrigado por todos os ensinamentos, estímulos e reconhecimento. Você sempre se preocupou com a minha carreira profissional e vida pessoal quase que como um pai. Nos momentos de dificuldade, você soube me animar e elogiar na medida certa para que eu pudesse “voltar à luta”. Vou levar isso sempre comigo e para meus futuros orientados, o elogio é uma faca de dois gumes, mas deve ser utilizado na medida certa.

À profa. Renata Gondo Machado, minha co-orientadora de dissertação. Tua franqueza, clareza e sutileza são marcantes, e fico

admirado como transmite isso a todos, inclusive a “eles”, os alunos! Pra mim, você é o antagonismo em pessoa: tão pequena por fora, e tão grande por dentro! Você sempre esteve ao meu lado para me motivar, mesmo no começo, onde parecia que muitos desconfiavam da minha capacidade. Agradeço pelo dispositivo de corte cedido que facilitou e qualificou os INTERMINÁVEIS cortes realizados na Isomet.

Ao meu orientador de Monografia, Prof. Sylvio Monteiro Jr, pela incrível arte de me fazer superar a cada dia. Suas palavras parecem ser sempre tão precisas e oportunas, inclusive as críticas. Descrever o orgulho que tenho em estar próximo ao Sr. é praticamente impossível. Você é uma referência titânica para a Odontologia e para mim. Nossos momentos de convivência no mestrado e especialização me “contaminaram” com um pouco do seu vigor e a vontade de “criar” mentes pensantes não só para a odontologia, mas também para a vida. Afinal, as duas andam juntas, não é?

Ao Prof. Luiz Narciso Baratieri, pela grande contribuição dada diariamente à Odontologia e por ser um pessoa tão especial, capaz de motivar as pessoas com uma maneira tão singular. Nossas conversas foram sempre muito construtivas e quase que por “osmose” pude aprender muito com você. Trabalhar junto, então, está sendo incrível!!

Ao prof. Guilherme C. Lopes, que sempre me estimulou a seguir nas pesquisas e é motivo de grande admiração pela grande competência e juventude.

Ao prof. Gilberto M. Arcari, pelos grandes e preciosos ensinamentos na arte da fotografia, pelo carinho, tranquilidade no dia-a-dia. Para mim, você é daquelas pessoas que animam o dia e estimulam a realizarmos sempre mais.

Ao prof. Hamilton P. Maia, mesmo você sendo corintiano, quero lhe agradecer muito pelos ensinamentos das propriedades dos materiais e grande auxílio na elaboração das aulas para a graduação.

Aos demais professores da Disciplina de Dentística da UFSC, Prof. Luiz Clovis Cardoso Vieira, Prof. Mauro Amaral Caldera de Andrada, Cleo Nunes de Souza, Profa. Jussara K. Bernardon e Profa. Sheila Stolf. Vocês são exemplos admiráveis de pessoas e profissionais. Obrigado pelas orientações e ensinamentos e pela grande contribuição com o meu amadurecimento.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, pela importante contribuição no meu crescimento profissional.

Aos amigos de mestrado e “guerreiros” do 303 Caco e Shizuma, pela parceria e companhia para todas as horas. Morar com vocês animou

meu dia-a-dia e espero ter sido uma boa companhia a vocês também. A rotina variou desde os chimarrões do gaúcho “macho” do Caco até os Temakis do Shiz. Vocês são amigos para vida toda e admiro as peculiaridades de cada um!

Caco, você consegue ser um cara querido por todos e de uma maneira super natural! Isso é um DOM! Quero aprender mais com você, meu amigo! Sempre me ajudou quando eu precisei, ora ajudando com as aulas, ora emprestando o carro para que eu pudesse resolver meus compromissos (inclusive com as “gatinhas”), ora sendo um completo “idiota”. É isso que fez a diferença, levar a vida UM POUCO menos a sério.

Shiz, você é GRANDE! Foi meu amigo para todas as horas, na alegria e na tristeza, me deu conselhos e apoio. Foram fundamentais “kra”! Me ajudou com o carro também e, além disso, foi uma pessoa com quem sempre adorei discutir os “desafios” da clínica diária.

A minha “maninha” Gabi, que mesmo com algumas briguinhas bobas, é impossível não considerá-la assim. Vou lembrar dos seus almoços e jantares, e da sua risada! Sua animação ao escutar e cantar as músicas comigo, ao violão, nas festas foi única. Estará sempre em meu coração.

Aos demais amigos do mestrado em Dentística (Diogo, Buda, Fernanda, Marceli, Vane, Lisa, Lindi) e doutorado (Adriano, Max, Júnio, Eduardo, David, Neymar, Daniel) obrigado pelas experiências, discussões e críticas. Vocês são pessoas especiais e foi um prazer estar dois anos ao lado de vocês. Certamente nos encontraremos “pela vida à fora”.

Aos amigo mexicano, do mestrado em Implantodontia, Ivan C. Molina, pelos momentos de diversão e discussão de casos. Será sempre bem vindo comigo e minha família!

Ao amigo chileno Celso Gutierrez, que estará em 2012 começando o mestrado em Dentística, mas já estava há 06 meses “incomodando aqui no Brasil”. Poder conhecer um pouco da sua realidade clínica e ter momentos de alegria foram muito importantes para mim.

Aos colegas da especialização, pela ótima convivência, respeito e pelos momentos de confraternização.

À Dona Talita, por ser tão animada com a vida e por ter possibilitado ótimos momentos de descontração e desaafos acompanhados sempre de um delicioso cafezinho com bolacha.



À Dona Léa, pelo carinho e atenção com todos. Obrigada por pertencer à “Família Dentística UFSC”. Sem você, tudo seria mais difícil.

Ao Bruno que, com o seu jeitinho “manezinho de ser”, ajudou na organização dos materiais para aulas e criou diversos momentos de diversão dentro do “mundo dos gigantes”.

Aos alunos da graduação da Universidade Federal de Santa Catarina, pela imensurável importância na minha trajetória e crescimento durante o Mestrado.

À colega Flávia Delbons, por emprestar, gentilmente, o dispositivo de padronização de cimentação utilizado nessa pesquisa.

Aos queridos amigos e protéticos Marcelo e Katia Scarton, por, solícitamente, ajudarem com a queima das pastilhas cerâmicas e me ajudarem com as dúvidas quanto às etapas laboratoriais de confecção das restaurações indiretas.

Aos demais colegas do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, pelos bons momentos vividos durante essa trajetória.

À família Peretti: Ana Carolina, Honorino, Lúcia e Marquinho por me receberem de braços abertos e serem, por muito tempo, a minha segunda família aqui em Florianópolis. Minhas madrugadas no laboratório para a realização das pesquisas foram cuidadosamente abastecidas pelas deliciosas comidinhas. Os churrascos, pescarias (embora, até hoje, eu não tenha pegado nenhum peixe,) atenção e carinho que vocês proporcionaram, estarão sempre em meu coração.

Às empresas Ivoclar Vivadent e Kerr, por cederem gentilmente seus produtos para os testes laboratoriais ao longo do Mestrado.

Às demais pessoas que fazem parte da minha vida e que, direta ou indiretamente, tornaram possível a realização deste trabalho.

MUITO OBRIGADO!!!!

*“O único lugar onde sucesso  
vem antes do trabalho é no  
dicionário”.*

(Albert Einstein)



SIEDSCHLAG, Gustavo. **Influência da limpeza pós-condicionamento e do método de secagem do silano sobre a união resina-cerâmica.** 2012. 93 f. Dissertação (Mestrado em Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

## RESUMO

**Objetivos:** avaliar a influência da limpeza pós-condicionamento e do método de secagem do silano sobre a resistência de união à microtração ( $\mu$ TBS) entre cimento resinoso e cerâmica reforçada por di-silicato de lítio. **Métodos:** Pastilhas cerâmicas (IPS e.max CAD) foram tratadas com ácido hidrofúorídrico (HF) por 20 s e em seguida distribuídas em 06 grupos, de acordo com os protocolos de limpeza pós-condicionamento e de secagem do silano ( $n = 30$ ): 1) sem limpeza (SL) (água corrente 20 s) + silano não aquecido/23°C (SNA) (SL/SNA – controle 1); 2) SL + silano aquecido/ar quente 100±5°C, 1 min (SA) (SL/SA – controle 2); 3) spray ar-água 30 s (SAA) + SNA (SAA/SNA); 4) SAA + SA (SAA/SA); 5) SAA + ácido fosfórico 37% por 1 min/lavagem em água corrente 30 s (AF) + SNA (SAA/AF/SNA); 6) SAA + AF + SA (SAA/AF/SA). Após a cimentação com cimento resinoso, os espécimes foram armazenados (24 h, 37°C) e preparados para o teste de microtração. Foram realizadas análise em MEV e EDX para determinação do modo de falha e caracterização da superfície cerâmica. Os dados foram analisados pelos testes ANOVA e Tukey HSD ( $\alpha = 1\%$ ). **Resultados:** Houve influência significativa dos protocolos de limpeza pós-condicionamento, aquecimento do silano bem como a interação entre os dois na  $\mu$ TBS ( $p < 0.001$ ). Os valores em MPa foram SL/SNA (0.0, D), SL/SA (11.3, C), SAA/SNA (32.3, A), SAA/SA (28.6, AB), SAA/AF/SNA (25.2, B), SAA/AF/SA (30.1, AB). O modo de falha foi predominantemente do tipo adesivo para os grupos sem limpeza, e misto para os grupos limpos com spray ar-água somente ou associado ao ácido fosfórico. A utilização adicional do AF após o SAA não melhorou a  $\mu$ TBS, comparado ao grupo limpo apenas com SAA, independentemente do método de secagem do silano. A análise em MEV revelou uma redução nas microretenções e porosidades superficiais nos grupos limpos com AF bem como a presença de novos resíduos salinos, caracterizados pela análise EDX. **Conclusões:** Os diferentes resíduos formados pela aplicação de ambos os ácidos (HF e AF) reduziram a  $\mu$ TBS para a cerâmica de di-silicato de lítio (IPS e.max CAD). O spray ar-água foi o método de limpeza pós-condicionamento

mais efetivo na remoção dos resíduos e gerou as maiores médias de resistência de união. O aquecimento do silano não demonstrou ser um passo relevante na cimentação adesiva quando a cerâmica foi devidamente limpa.

**Palavras-chave:** cimentos de resina, cerâmica, resistência à tração.

SIEDSCHLAG, Gustavo. **Effect of post-etching cleaning and silane drying method on resin-ceramic bond**. 2012. 93 f. Dissertation (Master of Science in Dentistry – Operative Dentistry) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

## ABSTRACT

**Objectives:** To evaluate the influence of post-etching cleaning and silane air-drying on the microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) between resin cement and lithium di-silicate ceramic. **Methods:** Ceramic pallets (IPS e.max CAD) were treated with hydrofluoric acid (HF, 20s) and divided into 06 groups, according to the post-etching cleaning and silane air drying protocols (n=30): 1) no cleaning/tap water, 20s (NC) + silane not heat dried/23°C (SNH) (NC/SNH – control 1); 2) NC + silane heat dried/warm air 100 $\pm$ 5°C, 1 min (SH) (NC/SH - control 2), 3) air-water spray 30 s (AWS) + SNH (AWS/SNH), 4) AWS + SH (AWS/SH), 5) AWS + 37% phosphoric acid brushed for 1 min (PA) + SNH (AWS/PA/SNH), 6) AWS + PA + SH (AWS/PA/SH). After cementation with resin cement, the blocs were stored (24 h, 37 ° C) and prepared for the microtensile test. SEM and EDX analysis was additionally performed to determine the failure mode and characterize the ceramic surface. Data were analyzed by ANOVA and Tukey HSD ( $\alpha$  = 1%). **Results:** There was significant influence of the post-etching cleaning and silane drying protocols and the interaction between this two factors on the  $\mu$ TBS (p <0.001). The values (MPa) were NC/SNH (0.0, D), NC/SH (11.3, C), AWS/SNH (32.3, A), AWS/SH (28.6, B), AWS/PA/SNH (25.2, B ), AWS/PA/SH (30.1, AB). The failure mode was predominantly adhesive for groups NC/SNH and NC/SH and mixed for the others. The additional use of PA after AWS did not improve the  $\mu$ TBS compared to the group cleaned only with AWS, regardless of the silane air-drying protocol. SEM analysis revealed a reduction in micro-retentions and porosities at the groups cleaned with PA and the presence of new salt residues, characterized by EDX analysis. **Conclusions:** The different residues formed by the application of both acids (HF and PA) reduced the  $\mu$ TBS for the lithium di-silicate ceramic. The air-water spray post-etching cleaning protocol was more effective in removing the residues and generated the best mean bond strength. Silane heat drying shown not to be an important step for the adhesive cementation when the ceramic surface was properly cleaned.

**Keywords:** ceramics, tensile strength, hydrofluoric acid, silane, air-drying

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

SiO<sub>2</sub> – Sílica; dióxido de silício

HF – Ácido hidrofúorídrico

S - Silano

BU – Banho ultrasônico

AF – Ácido fosfórico

CAD/CAM – Desenho e manufatura auxiliado por computador

SiC – Carbetto de silício

Min - Minuto

MEV – Microscópio eletrônico de varredura/ Microscopia eletrônica de varredura

EDX – Aparelho de raio-X acoplado ao MEV

F - Flúor

Si - Silício

Al – Alumínio

O - Oxigênio

Na - Sódio

K - Potássio

μTBS – Resistência de união à microtração

SL/SNA – sem limpeza; silano não aquecido

SL/SA – sem limpeza; silano aquecido

SAA/SNA – spray ar-água; silano não aquecido

SAA/SA – spray ar-água silano aquecido

SAA/AF/SNA – spray ar-água; ácido fosfórico; silano não aquecido

SAA/AF/SA – spray ar-água; ácido fosfórico; silano aquecido





## SUMÁRIO

<b>SUMÁRIO.....</b>	<b>19</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>21</b>
1.1 OBJETIVOS.....	24
1.1.1 Objetivo Geral.....	24
1.1.2 Objetivos Específicos .....	24
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>25</b>
2.1 VARIÁVEIS NO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE CERÂMICA .....	25
2.1.1 Limpeza pós-condicionamento .....	25
2.1.2 Aquecimento do silano.....	35
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>45</b>
3.1 FABRICAÇÃO DAS PASTILHAS CERÂMICAS .....	45
3.2 FABRICAÇÃO DAS PASTILHAS DE RESINA COMPOSTA .....	47
3.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E GRUPOS EXPERIMENTAIS.....	48
3.4 PADRONIZAÇÃO DA CIMENTAÇÃO.....	52
3.5 PREPARAÇÃO PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO.....	53
3.5 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO), MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ANÁLISE EDX .....	56
<b>4 RESULTADOS .....</b>	<b>57</b>
4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO.....	57
4.2 ANÁLISE DAS FRATURAS.....	57
4.3 ANÁLISE DA MORFOLOGIA DE SUPERFÍCIE SOB MEV .....	63
4.4 ANÁLISE EDX.....	66
<b>5 DISCUSSÃO .....</b>	<b>69</b>
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>77</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>79</b>



## 1 INTRODUÇÃO

Nos dias atuais, na era da odontologia adesiva e cada vez mais indireta, é comum na prática odontológica a execução de restaurações estéticas livres de metal. Isso se deve à evolução conjunta dos sistemas cerâmicos e dos sistemas adesivos, bem como, da popularização da cerâmica. Essa evolução possibilitou a utilização das cerâmicas em áreas de maior estresse, como a região posterior, e em áreas de maior exigência estética, como a região anterior, suprimindo muitas limitações das restaurações diretas (EL ZOHAIRY *et al.*, 2003). Entretanto, verifica-se que conforme a resistência dos sistemas cerâmicos aumenta, a estética e o potencial de condicionamento diminuem, como no caso das cerâmicas óxidas a base de alumina e zircônia. Nesse caso, o condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF) não surte efeito no processo de união, fato esse, que levou, inclusive, ao desenvolvimento de novos sistemas de tratamento de superfície (ex. Rocatec, Cojet, Pyrosil). Esses sistemas tem, como objetivo, impregnar sílica à superfície da cerâmica (silicatização), aumentando a resistência de união entre cerâmica e resina composta. Dessa forma, torna-se necessário que o clínico conheça os diversos materiais, bem como, suas indicações e protocolos de utilização.

Avanços nos sistemas de escaneamento e processamento assistido por computador (CAD/CAM) estão possibilitando novas opções à odontologia, criando uma alternativa à impressão convencional e técnicas de fundição para a produção das restaurações dentais (KAMADA *et al.*, 1998; POTICNY; KLIM, 2010). Esses sistemas oferecem a possibilidade de preparar, desenhar, e fabricar a restauração cerâmica em uma única consulta, evitando-se assim, a necessidade de moldagem, restaurações provisórias e da dependência de um laboratório dental. Ainda, a usinagem das peças cerâmicas é feita sob condições ótimas e controladas, permitindo a produção de restaurações com alta resistência intrínseca, sem as variações inevitáveis de qualidade das restaurações produzidas em laboratório. Dentre as cerâmicas condicionáveis, ou com alto teor de fase vítrea, o bloco IPS e.max CAD, introduzido em 2006 pela empresa Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein), apresenta-se como uma opção restauradora cerâmica que alia alta resistência, podendo ser usada inclusive para próteses parciais fixas até 2º pré-molar, estética apurada e excelente potencial de condicionamento (POTICNY; KLIM, 2010). Apesar das vantagens

relacionadas às restaurações indiretas cerâmicas, a adequada união da peça protética ao dente é um constante desafio, já que, existem agora, duas superfícies que necessitam criterioso tratamento (EL ZOHAIRY *et al.*, 2003). Contudo, a literatura não é clara quanto ao melhor sistema cerâmico, tratamento de superfície, agente de cimentação e sistema adesivo que seja capaz de produzir a maior resistência de união.

A longevidade da restauração cerâmica é intimamente relacionada à correta seleção e manipulação do agente cimentante, bem como, do adequado tratamento da cerâmica e do dente. Preferencialmente, o cimento deve apresentar adesão à estrutura dental e ao material restaurador, resistência às forças mastigatórias, ausência de solubilidade aos fluidos orais, habilidade de formar uma fina espessura de película, biocompatibilidade e facilidade de manipulação (HILL, 2007; ROSENSTIEL *et al.*, 1998). Nenhum dos materiais cimentantes disponíveis atualmente reúne todas essas propriedades. No entanto, os cimentos resinosos possuem melhores características fisicomecânicas em relação aos cimentos tradicionais, principalmente, a adesão às estruturas dentais e o potencial de reforçar tanto a estrutura dental remanescente quanto a resistência à fratura da própria cerâmica (BURKE; WATTS, 1994; DIETSCHI *et al.*, 1990; PRAKKI *et al.*, 2007). Além disso, a cimentação adesiva proporciona redução da microinfiltração, responsável pela inicial descoloração marginal e posterior falha da restauração (SORENSEN *et al.*, 1991).

Quanto ao tratamento de superfície das cerâmicas vítreas (condicionáveis), muitas variáveis estão presentes, referentes, principalmente, ao condicionamento ácido e silanização, de modo que existam diversos protocolos de tratamento. Essa diversidade de protocolos, influenciada, basicamente, pelo tipo da cerâmica utilizada, baseada na quantidade de matriz vítrea (SiO<sub>2</sub>) disponível, gera confusão por parte do clínico, que muitas vezes faz um sub-aproveitamento do potencial que aquele material pode lhe oferecer, culminando no insucesso clínico (ALEX, 2008; KUSSANO *et al.*, 2003; STEWART *et al.*, 2002). A união previsível entre resina composta e cerâmica é geralmente criada por dois mecanismos: embricamento micromecânico, promovido pelo jateamento e/ou condicionamento com ácido hidrofúorídrico (HF), e união química, criada pelo agente silano de união (silanização) (S) (FILHO *et al.*, 2004; JARDEL; DEGRANGE; PICARD *et al.*, 1999a, 1999b). O HF dissolve, preferencialmente, a fase vítrea das cerâmicas, criando assim, microporosidades, que permitem a penetração dos monômeros resinosos. O uso do silano é amplamente indicado para a obtenção de uma união mais forte e estável às cerâmicas

condicionáveis (DELLA BONA, A. *et al.*, 2000; FILHO, 2005). Autores têm sido unânimes quanto à influência do agente silano de união no processo de formação da interface adesiva (BEGAZO *et al.*, 2004; KATO *et al.*, 2001; KUSSANO *et al.*, 2003; STEWART *et al.*, 2002). A importância do silano, advém do fato do mesmo reagir com o grupamento hidroxila sobre a superfície da porcelana, através de uma reação de condensação, tornando-a mais reativa ao compósito e permitindo a adesão química. Isso implica dizer que, uma ótima técnica de tratamento de superfície é responsável pelo sucesso clínico tanto das restaurações indiretas cerâmicas quanto dos reparos em cerâmica (ALEX, 2008; DELLA BONA, A. *et al.*, 2000, 2002)

Entretanto, existem importantes considerações a serem feitas para a obtenção dessa ótima força de união, e que são, raramente, relatadas na literatura como variáveis do protocolo clínico padrão de tratamento da superfície cerâmica. Demonstrou-se que o condicionamento com HF gera uma camada de precipitados de sais de sílica e flúor, que contaminam a superfície cerâmica, dificultando a infiltração do agente adesivo resinoso e diminuindo a resistência de união (BAILEY; BENNETT, 1988; BELLI *et al.*, 2009; PEUMANS *et al.*, 1999; PHOENIX; SHEN, 1995). Alguns autores verificaram um aumento dos valores de resistência de união após procedimentos de limpeza e eliminação desses resíduos (BAILEY; BENNETT, 1988; BELLI *et al.*, 2009; MAGNE; CASCIONE, 2006), enquanto outros não encontraram quaisquer diferenças entre grupos que sofreram ou não procedimentos de limpeza pós-condicionamento ácido (AIDA *et al.*, 1995).

Uma otimização clínica do tratamento cerâmico, é a limpeza pós-condicionamento, quando realizada através da aplicação de ácido fosfórico (AF) e/ou imersão da restauração em banho ultrasônico (BU) (CANAY *et al.*, 2001; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS *et al.*, 2007). De acordo com Magne; Cascione (2006), a associação desses procedimentos (AF+BU) foi efetiva para remover adequadamente essa camada de “debris cristalios” e aumentar a resistência de união resina-cerâmica. Em contrapartida, Belli et al. (2009), demonstraram que apenas o spray ar-água já seria suficiente para remover a camada de sal, tendo o mesmo efeito, inclusive na resistência de união, quando comparado aos grupos onde aplicou-se ácido fosfórico e/ou banho ultrasônico (AF, BU, AF+BU). Todavia, esses trabalhos estudaram sistemas cerâmicos que são menos utilizados atualmente, ou que foram substituídos pelo sistema IPS e.max (Ivoclar Vivadent).

Outra significativa otimização, é a secagem do silano com aplicação de calor. Esse método de secagem nem sempre é incluído no

protocolo de cimentação padrão (HF + S), mesmo sendo relatado na literatura como procedimento relevante no aumento da resistência da camada do silano (QUEIROZ *et al.*, 2012) e da união resina-cerâmica (BAILEY; BENNETT, 1988; BARGHI *et al.*, 2000; FABIANELLI *et al.*, 2010; HOOSHMAND *et al.*, 2002; MONTICELLI *et al.*, 2006; PEREIRA *et al.*, 2010; ROULET *et al.*, 1995; SHEN *et al.*, 2004). Todavia, alguns estudos revelaram não haver influência do aquecimento do silano na resistência de união (CARVALHO *et al.*, 2011; MONTICELLI *et al.*, 2006). Esses achados traduzem a grande divergência encontrada, atualmente, na literatura na busca do melhor protocolo de cimentação.

Visto que uma ótima união resina-cerâmica é importante para a sobrevivência clínica das restaurações cerâmicas livres de metal, que ainda existem dúvidas quanto aos protocolos clínicos, e que, há pouca evidência científica acerca das novas restaurações cerâmicas, nos parece relevante estudar métodos de tratamento que influenciem essa união.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência da limpeza pós-condicionamento e do método de secagem do silano sobre a resistência de união à microtração entre cimento resinoso e cerâmica reforçada por di-silicato de lítio.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

1. Avaliar a influência de 3 métodos de limpeza pós-condicionamento e 2 métodos de secagem do silano na resistência de união resina-cerâmica;
2. Observar, em MEV, a micromorfologia de superfície oriunda dos 3 métodos de limpeza pós-condicionamento estudados;
3. Determinar a composição química da superfície cerâmica após os diferentes métodos de limpeza, utilizando uma análise química por raios-x (EDX).

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 VARIÁVEIS NO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE CERÂMICA

#### 2.1.1 Limpeza pós-condicionamento

Bailey e Bennett (1988) buscando aperfeiçoar a adesão resina/cerâmica estudaram diferentes métodos de tratamento químico da superfície de uma cerâmica feldspática (DICOR® Castable Ceramic) variando condicionadores ácidos, diferentes silanos, diferentes formas de ativação do silano e diferentes metodologias de cimentação, diferentes formas de ativação do cimento resinoso, bem como avaliação da resistência de união ao cisalhamento em diferentes intervalos de tempo de armazenamento em água ou termociclagem. Inicialmente, barras e discos da cerâmica feldspática Dicor foram produzidas por injeção. Após o tratamento laboratorial dos espécimes (jateamento alumina + limpeza em banho ultrassônico), estes receberam condicionamento químico com 4 tipos de ácidos: Stripit® (ácido hidrófluorídrico [HF] + ácido sulfúrico [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] temp. ambiente); bifluoreto de amônia [NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>] temp. ambiente; hidróxido de sódio [NaOH] com EDTA aquecido 95°C; e ácido clorídrico aquecido 95°C [HCl] por diferentes tempos de condicionamento: 1, 2, e 5 minutos. Os espécimes foram analisados micromorfológicamente por MEV. Após o condicionamento, os espécimes foram silanizados com 3 tipos de silanos:  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane,  $\gamma$ -aminopropyltriethoxy e  $\gamma$ -ureidopropyltriethoxysilanes. Os silanos foram ativados quimicamente (em solução de silano + 95% etanol e 5% de ácido acético) ou termicamente (aquecimento em forno a 100°C por 5min). Utilizaram-se duas metodologias de cimentação: barra cerâmica/cilindro de cimento 3mm diâmetro; ou barra cerâmica/cimento/disco cerâmico 3mm sob pressão (1,2 Kg, 15min, espessura de cimento de 10 $\mu$ m. Ainda, o cimento resinoso dual (DICOR LA cement) foi ativado de duas formas: apenas química ou dual. A resistência de união ao cisalhamento foi mensurada após a termociclagem (6000 ciclos 10°C – 50°C), 24h, 1mês, 6 meses, e 12 meses. Um teste paralelo avaliou a profundidade do condicionamento com NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> a 10% por 1, 2, 5, 10 ou 30min. A análise em MEV demonstrou: asperização da cerâmica após o jateamento para eliminação do revestimento; limpeza adequada dos debris do jateamento após banho em ultrassom; remoção da fase vítrea



após condicionamento com soluções fluoretadas (Stripit e  $\text{NH}_4\text{HF}_2$ ); dos métodos de condicionamento alcalinos aquecidos,  $\text{NaOH} + \text{EDTA}$  não promoveu nenhuma modificação de superfície enquanto  $\text{HCl}$  promoveu a dissolução da fase cristalina da cerâmica, porém, verificou-se que estes métodos promovem menor rugosidade superficial e a adesão é dada basicamente pela união química com o silano, sendo então desencorajados esses 2 tipos de condicionantes químicos. Verificou-se que a quantidade de debris cristalinos formados após o condicionamento com ácidos fluoretados dependeu do tempo de condicionamento e se a área já estava jateada ou não. Houve maior formação de debris conforme aumentou-se o tempo de condicionamento, e onde houve remoção prévia da camada de reação (borra - enstatite ( $\text{MgSiO}_3$ )) por meio do jateamento com alumina. Ainda, a limpeza por fricção com escova dura sob água morna ou adição de  $\text{HCl}$  e  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , em abas as concentrações de 30% ou 40% na solução de  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  proporcionou remoção dos debris cristalinos inclusive aumentando a resistência de união (10 MPa  $\rightarrow$  20 MPa) após 1 minuto de condicionamento com  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  a  $24^\circ\text{C}$ . Todavia, a adição de  $\text{HCl}$  e  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , devido as altas concentrações (30-40%) parecem menos atraentes do que uma simples limpeza por escovação. Quanto a aplicação de silano, observou-se que os melhores resultados para o tipo y-methacryloxypropyltrimethoxysilane e estes melhores do que quando apenas condicionada a cerâmica sem aplicação do silano (10MPa  $\rightarrow$  20MPa). A aplicação conjunta de  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  e silano gerou uma união estável e duradoura, mesmo após termociclagem e/ou 12 meses de armazenamento em água. Ainda, o método de ativação do silano por aquecimento gerou resultados ainda melhores ( $p < 0.0002$ ) após 24hs (15.9  $\rightarrow$  21.8 MPa) e após 12 meses (17.6  $\rightarrow$  20.6 MPa); ainda, o método de cimentação por pressão e com aquecimento do silano gerou melhores resultados após 24hs (21.8  $\rightarrow$  40.5) e após 12 meses (20.6  $\rightarrow$  32.8 MPa) de armazenamento em água, ainda é mais próxima da realidade clínica, quanto a espessura de cimento. Concluiu-se que o método de condicionamento químico é essencial na criação de uma força durável de união; a limpeza pós-condicionamento utilizando uma escova dura sob água morna removeu os debris cristalinos e aumentou significativamente a resistência de união (100%); o aquecimento do silano e cimentação sob pressão geraram valores ainda maiores e mais duradouros de resistência ao cisalhamento.

Frente à carência da literatura acerca do estudo de diferentes tratamentos de superfície cerâmica e uso de silanos na adesão com

resina composta, Aida, Hayakawa e Mizukawa (1995) conduziram um estudo que avaliou a resistência de união entre resina/cerâmica utilizando 5 tratamentos de superfície e 3 tipos de silanos. Realizou-se ainda avaliação em MEV das superfícies tratadas e análise por espectroscopia por raios infravermelhos para verificação dos componentes dos silanos. Discos de porcelana (10 mm X 2 mm espessura) foram confeccionados, polidos e tratados de 5 diferentes formas: G1) Apenas Polimento (#1000 SiC); G2) Condicionamento com ácido fosfórico 60 s + lavagem 10 s; G3) Ácido fosfórico 60 s, lavagem 10s e lavagem ultrasônica 20 minutos; G4) Ác. Hidrofluorídrico (HF) 60 s, lavagem 10 s; G5) HF 60 s, lavagem 10 s e lavagem ultrasônica 20 minutos. Os discos foram então avaliados em MEV. Após análise em MEV, cada grupo recebeu a aplicação de 3 tipos de silano: um experimental (2%-y-MPTS/EtOH) e 02 comerciais de dois frascos: Porcelain Liner M (PLM) e Tokuso Ceramic Primer (TCP) (60 s, secagem c/ ar 10 s). Um anel de silicone (3.2 mm X 2 mm espessura) foi então preenchido com resina composta e fotoativado por 60 s. Após fotoativação, os espécimes (n=8) foram armazenados em água a 37°C por 24 hs para então realizar o teste de cisalhamento. Os resultados foram influenciados pelo tipo de silano e tratamento de superfície. Silanos mais atuais, que continham cadeias aromáticas de ácido carboxílico, não foram influenciados pelo condicionamento com ácido fosfórico nem hidrofluorídrico e obtiveram as maiores resistências de união (15.8 (PLM) e 14.3 (TCP) MPa). Esses silanos ácidos facilitaram a formação das uniões siloxanas e facilitaram a adesão da resina composta à porcelana mesmo sem o condicionamento com ácido hidrofluorídrico, que promoveu a maior rugosidade de superfície. Também não foi detectada influência da lavagem pós-condicionamento em ultrassom para os silanos mais recentes (PLM e TCP), tornando esse procedimento desnecessário para o tipo de cerâmica testada. O estudo concluiu que: 1) A resistência de união para o silano contendo 2%-y-MPTS/EtOH foi significativamente influenciada pelo condicionamento com ácido hidrofluorídrico. Entretanto, a resistência de união não foi alterada quando utilizaram-se os novos silanos ácidos (PLM ou TCP); 2) A análise em MEV revelou que o condicionamento com ácido hidrofluorídrico resultou numa maior rugosidade superficial e a limpeza em ultrassom gerou a mesma imagem do que o grupo limpo apenas com água; 3) Os silanos ácidos (PLM e TCP) eram compostos de duas soluções uma contendo 7-MPTS e a outra contendo ácido carboxílico; 4) A formação de uniões siloxanas foi importante para o estabelecimento da adesão entre resina composta e porcelana; 5) A lavagem pós

condicionamento ácido em ultrassom não influenciou as características de superfícies nem os resultados de união ao cisalhamento.

Phoenix e Shen (1995) determinaram os efeitos de diferentes tratamentos de superfície de uma porcelana feldspática através do ângulo de contato dinâmico e microscopia eletrônica de varredura. Foram confeccionados 65 blocos (14 mm X 6 mm X 3 mm) de porcelana feldspática (WillCeram, Shade A-3, Williams Dental, Amherst, NY). Os blocos foram lixados com lixa 120-SiC sob refrigeração com água para aproximar as características de superfície produzidas pelos procedimentos clínicos de asperização, e limpos com água destilada seguido por um banho ultrasônico de 10 min em etanol. Após essa limpeza inicial dos espécimes, procedeu-se 5 diferentes tipos de tratamento de superfície (n=13): G1) controle (sem tratamento); G2) jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu$ m 0.24 MPa (35 psi); G3) condicionamento com gel de bifluoreto de amônio por 1 min (DICOR etching gel, Dentsply International, York, PA); G4) condicionamento com flúor fosfato acidulado por 10 min (Nupro APF, Johnson & Johnson Consumer Products, New Brunswick, NJ); G5) condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9.5% por 4 minutos (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent Products, South Jordan, UT). Após o tratamento de superfície, os espécimes foram lavados com água destilada por 1 min e secos com um secador para então determinar os ângulos de contato dinâmico e caracterizar a morfologia de superfície através do MEV. Os valores médios dos ângulos de contato foram (em graus):  $63.8 \pm 2.7$  (sem tratamento);  $39.4 \pm 2.0$  (bifluoreto de amônio);  $29.1 \pm 2.9$  (jateamento);  $24.9 \pm 1.7$  (flúor fosfato acidulado) e  $16.5 \pm 1.2$  (ácido hidrófluorídrico). Todos os grupos avaliados foram estatisticamente diferentes entre si ( $p < 0.05$ ). Através do MEV verificou-se que o menor ângulo de contato estava relacionado com superfícies mais irregulares devido à presença de sulcos mais largos e profundos. Concluiu-se que o ácido hidrófluorídrico é o método mais eficaz na criação de irregularidades de superfície o que potencializaria a força de união resina/cerâmica. Todavia, os autores advertem o efeito danoso dos precipitados (produzidos pelos condicionadores químicos) sobre a união resina/cerâmica e as falhas clínicas. Ainda, métodos efetivos e seguros de remover esses precipitados bem como métodos alternativos ao ácido hidrófluorídrico e menos perigosos deveriam ser investigados.

Peumans et al. (1999) realizaram uma avaliação ultra-estrutural in vitro, por meio do MEV, das interfaces adesivas de facetas cerâmicas

cimentadas ao substrato dental para caracterizar o efeito morfológico do tratamento de superfície da cerâmica e do dente preparado para faceta. Primeiramente, visando avaliar o efeito morfológico do tipo de condicionamento sobre a cerâmica, foram confeccionados 4 blocos de porcelana feldspática (GC Cosmotech Porcelain, GC, Tokyo, Japan) e estes submetidos a 04 diferentes tratamentos de superfície: 1) nenhum tratamento, 2) condicionamento com ácido hidrofluorídrico 9.5% (Porcelain Etch, Ultradent, Salt Lake City, UT, USA) por 60 s, seguida da lavagem com spray ar/água por 60 s e secagem; 3) o mesmo que o grupo 2 porém, seguido da lavagem em banho ultrassônico por 10min em água destilada e secagem; 4) mesmo que o grupo 3, seguido da silanização com o Scotchbond Ceramic Primer (3M, St. Paul, MN, USA) por 3 min e secagem. Para caracterizar a superfície condicionada dos dentes preparados para facetas, foram utilizados 07 dentes anteriores superiores hígidos. Os dentes foram preparados para faceta (redução vestibular de 0.3 - 0.7 mm; 1 – 2 mm de redução incisal e chanfro palatino de 2-3 mm de altura), 3 deles completamente em esmalte e 4 com dentina exposta na margem cervical, e em seguida, condicionados com ácido fosfórico 35% (Scotchbond Etchant, 3M) por 20 s, lavados com spray ar/água 15 s e secos por 1-2 s. Os espécimes foram avaliados sob MEV em 04 áreas diferentes (cervical, central, incisal, e proximal). Visando avaliar a interface adesiva das facetas cerâmicas cimentadas, 12 dentes anteriores superiores hígidos foram preparados e as facetas cerâmicas confeccionadas por um técnico dental (GC Cosmotech Porcelain, GC). O tratamento do substrato cerâmico consistiu no condicionamento com ácido hidrofluorídrico 9.5% por 60 s, lavagem com spray ar/água 60 s, banho ultrassônico 10min, secagem, aplicação do silano por 3 minutos e aplicação de um dos dois sistemas adesivos (Scotchbond Multi-Purpose (fotopolimerizável) (3M) ou Scotchbond Multi-Purpose Plus (dual) (3M)). Em seguida, o tratamento do substrato dental consistiu no condicionamento com ácido fosfórico 35% (Scotchbond Etchant, 3M), seguido da lavagem com spray ar/água 15 s e secagem 1-2 s. As facetas foram cimentadas utilizando um cimento resinoso (Opal Luting composite, 3M) e a fotopolimerização realizada por 2 minutos em ambas as faces vestibular e palatal (Visilux 2, 3M). As interfaces resina/cerâmica e resina/dente foram avaliadas por MEV após condicionamento com íons de argônio para aliviar tensões. As imagens da interface dente/cimento resinoso/porcelana revelaram forte embricamento micro-mecânico do cimento nas microporosidades do substrato dental e superfície cerâmica. Sob esta perspectiva ultra-morfológica, verificou-se que a superfície condicionada da cerâmica era

mais retentiva do que a superfície condicionada do dente. Avaliando-se o substrato cerâmico, a limpeza em ultrassom resultou numa superfície muito mais receptiva à resina devido à remoção de uma camada amorfa em forma de esponja que expôs maior número de canais e microporosidades. A silanização não promoveu alterações significativas na superfície cerâmica. Avaliando-se o substrato dental, o esmalte aprismático cervical e a dentina exposta revelaram a textura de superfície menos receptiva para a resina. Todavia, nessas áreas, não observou-se nenhuma separação da interface (delaminação) quando utilizado um sistema adesivo de condicionamento ácido total de várias etapas. Os autores concluíram que houve profundo embricamento micromecânico do cimento resinoso na cerâmica condicionada e silanizada, e em ambas as superfícies condicionadas de esmalte e dentina, explicando as altas taxas de retenção e baixas taxas de fratura de facetas cimentadas em esmalte. A utilização de um sistema adesivo de condicionamento ácido total de várias etapas foi efetiva mesmo nas áreas mais desafiadoras à adesão. A limpeza em banho ultrasônico resultou numa superfície cerâmica micromorfologicamente mais receptiva à adesão com o cimento resinoso.

Canay, Hersek e Ertan (2001) determinaram sob MEV e espectroscopia de energia dispersiva por raios-x (EDS) os efeitos de 3 tratamentos ácidos (flúor fosfato acidulado[APF] 1,23% por 10 min; ácido hidrofluorídrico[HF] por 1 e 4 min), da limpeza pós condicionamento com água por 10 s ou banho ultrasônico por 1 min e da aplicação ou não de silano na textura de superfície de uma porcelana feldspática. Verificou-se que o condicionamento com flúor fosfato acidulado por 10 min resultou numa superfície pouco rugosa enquanto o HF gerou uma superfície mais irregular com presença de uma grade tridimensional de poros e canais. O condicionamento por 1 minuto gerou uma rugosidade intermediária adequada, pois não cria irregularidades muito agudas não concentrando tensões, porém, todos os condicionantes geraram sais precipitados cristalinos (formados de fluossilicatos de Na, K, Ca e Al) e que não foram removidos pela limpeza apenas com água destilada. Entretanto, a limpeza dos precipitados foi possível apenas quando realizou-se o banho ultrasônico por 1 minuto. Ainda, a aplicação do silano nas superfícies condicionadas causou uma redução da rugosidade aparente e pode ter influenciado na dissolução dos precipitados cristalinos.

Existem diferentes métodos para a fabricação de restaurações de porcelana feldspática como o gesso refratário, lâmina de platina e mais recentemente, técnicas de injeção de cerâmica. Na técnica do gesso refratário, previamente à inclusão da porcelana, faz-se um selamento da superfície interna desse gesso com uma porcelana de granulação fina na forma de pasta ou ainda uma lavagem/banho com porcelana translúcida. Foi relatada a contaminação da superfície da porcelana após condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF), devido à formação de uma camada expressiva de debris cristalinos. Essa camada seria removida pela limpeza com ácido fosfórico + lavagem em cuba ultrasônica. Todavia, o efeito dessa limpeza pós-condicionamento sobre a resistência de união à microtração não foi investigada. Dessa forma, Magne e Cascione (2006) determinaram as diferenças de resistência de união à microtração entre resina composta (utilizada como agente de cimentação) e porcelana feldspática geradas pelas técnicas do gesso refratário utilizando 2 tipos porcelanas de revestimento e pela técnica de injeção aquecida. O efeito da limpeza pós-condicionamento foi também investigada. Para isso, foram confeccionados 16 pares de blocos cerâmicos (7 X 8 X 4 mm). Oito pares foram confeccionados pela técnica do gesso refratário (4 pares cobertos com pasta Ducera Lay (CON) e 4 pares cobertos por porcelana translúcida CL-O, (CLO)) e 8 pares pela técnica da cerâmica injetada Authentic porcelain SL B001, (AUTH) e (AUTH-N). Todos os grupos foram condicionados com jateamento e ácido fluorídrico 9%. Em seguida, foram limpos com ácido fosfórico (1 min) e imersos em cuba ultrasônica (5 min) menos o grupo AUTH-N. Todos foram então silanizados e secos com ar quente, e blocos da mesma porcelana foram unidos com aplicação do adesivo resinoso (Optibond FL) e uma resina composta fotopolimerizável como agente de cimentação (Z100). Os espécimes foram armazenados por 24 horas e após, um teste de microtração sem desgaste “*nontrimming*” foi executado. Os dados foram analisados pelo teste Kruska-Wallis e comparados pelo teste Mann-Whitney U ( $\alpha=.05$ ). Foi confeccionado 1 bloco adicional por grupo para avaliar o efeito do condicionamento e do modo de fratura utilizando análise microscópica óptica e MEV. Concluiu-se que a lavagem com porcelana translúcida como revestimento, ao invés da pasta, é recomendado para maximizar a resistência de união (CON – 37.9MPa, CLO – 46.3MPa;  $p<0.05$ ) A porcelana injetada reforçada por leucita foi a que apresentou a maior resistência adesiva (49.7MPa) sendo estatisticamente igual ao grupo CLO. A omissão da limpeza pós-condicionamento resultou numa redução de 50% da resistência adesiva (24.1 MPa), pois o

condicionamento com HF gerou uma quantidade significativa de debris cristalinos. Apenas a associação do ácido fosfórico/lavagem e imersão em cuba ultrasônica provou ser efetiva na remoção dos debris cristalinos da superfície condicionada com HF.

Peumans et al. (2007) investigaram a influência de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união à microtração de um cimento resinoso dual (Variolink II) à blocos de cerâmica reforçada por leucita para a tecnologia CAD-CAM (ProCAD). Foram investigados a contribuição do condicionamento ácido com ácido fosfórico 37% (60s) versus ácido hidrófluorídrico 4.9% (20s), a aplicação do silano (Monobond-S) (1min) após o condicionamento, e a aplicação de um adesivo hidrófobo (Heliobond) fotopolimerizado por 20s após o condicionamento e silanização. Após o tratamento de superfície, pares de blocos de cerâmica foram cimentados utilizando um cimento resinoso dual (Variolink II, Ivoclar-Vivadent) sob pressão digital e a fotoativação foi realizada em 4 direções por 20 s, paralelo ao longo da interface. Após 24h de armazenamento em água destilada 37°C, os blocos foram seccionados em filetes (2.5 mm x 2.5 mm x 9 mm) e a interface adesiva preparada em forma de ampulheta ( $\varnothing = 1.2$  mm) para o teste de microtração. Os modos de falha foram determinados pela observação das superfícies fraturadas sob análise óptica com 50x de magnificação e classificados em adesivo (falha na interface cerâmica/cimento), coesivo (falha na cerâmica) e misto (falha na interface cerâmica/cimento + falha coesiva na cerâmica). Avaliando-se apenas o tipo de ácido, o condicionamento com ácido hidrófluorídrico gerou as maiores média de união quando comparado ao grupo condicionado com ácido fosfórico e grupo controle - sem qualquer tipo de tratamento (37.6 MPa x 19.1 MPa x 12.8 MPa) bem como 58% de falhas adesivas e 42% de falhas mistas. O ácido fosfórico apenas expõe as porosidades de superficiais e defeitos sem qualquer padrão de condicionamento aparente resultando em menor força de união e com 100% de falhas adesivas. A silanização não aumentou significativamente a média de resistência da união adesiva após o condicionamento com ácido fluorídrico (34.6 MPa) ou ácido fosfórico (27.4 MPa). Todavia, aumentou a número de falhas mistas para 67% (ácido hidrófluorídrico + silano) e manteve em 100% o número de falhas adesivas (ácido fosfórico + silano). Os autores enfatizam que os resultados obtidos após a silanização, quando comparados a outros estudos, devem ser interpretados com cautela visto as diferenças de composição química, forma de apresentação, condição de armazenamento, e aquecimento do silano que podem, fortemente,

influenciar a força de união resina/cerâmica. Sugeriram que a silanização ainda é uma tópico disputável dentro do tratamento de superfície das cerâmicas. A aplicação do adesivo hidrófobo (Heliobond) mostrou-se ineficaz na melhora da força adesiva quando comparado aos grupos condicionados e silanizados, sendo, portanto, descartável do protocolo de cimentação. Os resultados variaram entre 34 MPa e 34.5 MPa para os grupos condicionados com ácido fosfórico/silano/adesivo e ácido fluorídrico/silano/adesivo, respectivamente. O modo de falha permaneceu inalterado para o grupo condicionado com ácido fosfórico (100% falha adesiva) e alterou sutilmente para os grupos condicionados com ácido hidrofluorídrico (58% falha mista). Os autores concluíram que o condicionamento ácido aparentou ser o fator “chave” na união resina/cerâmica ProCAD. A silanização com Monobond-S e aplicação do adesivo hidrófobo (Heliobond) após o condicionamento ácido não possuem influência significativa na resistência de união final. Os autores advertiram que a contribuição da silanização e aplicação do adesivo no longo prazo deve ser estudada e que a forma mais segura de reparo intra-oral da cerâmica consiste no condicionamento com ácido fosfórico seguido da aplicação de silano e aplicação de uma resina adesiva hidrófoba, tendo em vista resultados de outros estudos que apontam maiores resistência e estabilidade da união após períodos mais longos de armazenamento.

Existem diversos tipos de sistemas cerâmicos disponíveis hoje no mercado de forma que existam diversos tipos de composições, arranjos estruturais e necessidade de tempos de condicionamento diferentes. Essa variedade de sistemas cerâmicos pode criar padrões de resíduos cristalinos diferentes pós condicionamento com ácido hidrofluorídrico, o que levanta dúvidas quanto a sensibilidade dos métodos de limpeza pós-condicionamento sobre as resistências de união de diferentes sistemas cerâmicos. Sendo assim, Belli et al. (2009) avaliaram a influência de diferentes técnicas da limpeza pós-condicionamento sobre a resistência de união entre resina composta e 2 tipos de cerâmicas injetáveis utilizando um teste de microtração sem preparo (non-trimming) e sem corte (non-cutting), e ainda, determinar a composição química das superfícies cerâmicas utilizando análise por espectroscopia de energia dispersiva por raios-x (EDX). Inicialmente 02 discos cerâmicos IPS Empress Esthetic (EE) e IPS Empress 2 (E2) foram condicionados com HF à 10% (1min e 20s, respectivamente) e lavados em água corrente por 30s. Os discos foram submetidos a 06 diferentes protocolos de limpeza pós-condicionamento: 1) sem limpeza (NC); 2) jato de ar-água por 30



segundos, 4bar de pressão, 10mm (AWS); 3) condicionamento com ácido fosfórico à 37% por 30 segundos sem agitação (PA); 4) banho ultrasônico em água destilada por 5 minutos (UB); 5) PA+UB (PAUB) e; 6) aplicação do sistema de silanização autocondicionante Clearfil Silane Kit (CSK). Após os procedimentos de limpeza pós-condicionamento, realizou-se a silanização (Scotchbond Ceramic Primer, 3M – deixado 10s na superfície e seco por 5s), aplicação de um agente adesivo hidrófobo sem carga (Scotchbond Multipurpose Adhesive, 3M – afinado por ar por 10s), exceto para o grupo 6 (CSK) e finalmente fotoativação por 20s. Em seguida, 360 espécimes de resina composta (Z250, 3M) foram aderidos à superfície de discos cerâmicos ( $n=30$ ) utilizando tubos de silicone de 4mm de altura e 0,8mm de luz diametral. Através de um método que não utiliza processos mecânicos na produção dos espécimes, os cilindros de resina composta foram submetidos a uma tensão de tração a uma velocidade de 0,5mm/min. Discos cerâmicos suplementares foram fabricados para cada cerâmica e grupo de limpeza e observados no MEV. Análise por espectroscopia de energia dispersiva por raios-x foi realizada para cada grupo e subgrupo para determinar a distribuição química das amostras. Os resultados revelaram haver influência do protocolo de limpeza pós-condicionamento sobre a força de união (MPa) bem como houve diferenças entre os tipos de cerâmica. Para a cerâmica E2, a ausência de um protocolo de limpeza (NC) resultou na menor média de união ( $64.6 \pm 12.4$  MPa) e foi estatisticamente inferior aos grupos AWS ( $74.1 \pm 10.3$  MPa) e UB ( $73.1 \pm 12.3$  MPa). Em análise por MEV, observou-se presença de resíduos nos subgrupos E2NC, E2PA\* e E2CSK. Os autores afirmam não haver diferenças estatísticas entre os grupos, e com isso alegam que para a cerâmica IPS Empress 2, não há efeito negativo da camada de sal formada após o condicionamento ácido com HF sobre a resistência de união resina/cerâmica. Porém, se considerarmos, por exemplo, isoladamente o grupo AWS e NC do grupo E2, podemos concluir que a ausência da limpeza com spray ar-água diminuiu significativamente a resistência de união, e sendo assim, a presença dos resíduos salinos também foi prejudicial para a cerâmica de di-silicato de lítio. Para a cerâmica EE, pode-se dizer que houve forte influência da técnica de limpeza pós-condicionamento devido a maior quantidade de depósitos salinos sobre a resistência de união. O grupo EENC apresentou a pior média ( $48 \pm 9.1$  MPa) sendo estatisticamente inferior ao subgrupo EESK, que por sua vez foi estatisticamente inferior aos subgrupos PA ( $68.6 \pm 10.1$ ), UB ( $71.3 \pm 10.6$ ) AWS ( $73.4 \pm 6.4$ ) e PAUB ( $74.1 \pm 10.9$ ). Não houve presença de sais nos subgrupos AWS,

PA\*\*, UB e PAUB (apenas em NC e CSK). Testes-t pareados detectaram diferenças estatisticamente significativas entre a cerâmica EE e E2 apenas para os subgrupos NC e CSK. Fotomicrografias do MEV das amostras cerâmicas mostraram que o jato de ar-água é capaz de remover todos os resíduos tanto para EE quanto para E2. O subgrupo CSK não obteve sucesso na dissolução dos resíduos da superfície de ambas as cerâmicas. Concluiu-se que a limpeza por aplicação de jato de ar-água por 30 segundos, a 4bar de pressão, teve influência comparável com o banho em ultrassom e/ou aplicação de ácido fosfórico, contudo, é mais simples e menos onerosa. Ainda, a presença de resíduos diminuiu significativamente a resistência de união entre resina composta e a cerâmica IPS Empress Esthetic, mas não para a cerâmica IPS Empress 2.

### 2.1.2 Aquecimento do silano

Bailey e Bennett (1988) buscando aperfeiçoar a adesão resina/Lincerâmica estudaram diferentes métodos de tratamento químico da superfície de uma cerâmica feldspática (DICOR® Castable Ceramic) variando condicionadores ácidos, diferentes silanos, diferentes formas de ativação do silano e diferentes metodologias de cimentação, diferentes formas de ativação do cimento resinoso, bem como avaliação da resistência de união ao cisalhamento em diferentes intervalos de tempo de armazenamento em água ou termociclagem. Inicialmente, barras e discos da cerâmica feldspática Dicor foram produzidas por injeção. Após o tratamento laboratorial dos espécimes (jateamento alumina + limpeza em banho ultrassônico), estes receberam condicionamento químico com 4 tipos de ácidos: Stripit® (ácido hidrofúorídrico [HF] + ácido sulfúrico [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] temp. ambiente); bifluoreto de amônia [NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>] temp. ambiente; hidróxido de sódio [NaOH] com EDTA aquecido 95°C; e ácido clorídrico aquecido 95°C [HCl] por diferentes tempos de condicionamento: 1, 2, e 5 minutos. Os espécimes foram analisados micromorfológicamente por MEV. Após o condicionamento, os espécimes foram silanizados com 3 tipos de silanos: y-methacryloxypropyltrimethoxysilane, y-aminopropyltriethoxy e y-ureidopropyltriethoxysilanes. Os silanos foram ativados quimicamente (em solução de silano + 95% etanol e 5% de ácido acético) ou termicamente (aquecimento em forno a 100°C por 5min). Utilizaram-se duas metodologias de cimentação: barra cerâmica/cilindro de cimento 3mm diâmetro; ou barra cerâmica/cimento/disco cerâmico

3mm sob pressão (1,2 Kg, 15min, espessura de cimento de 10 $\mu$ m. Ainda, o cimento resinoso dual (DICOR LA cement) foi ativado de duas formas: apenas química ou dual. A resistência de união ao cisalhamento foi mensurada após a termociclagem (6000 ciclos 10°C – 50°C), 24h, 1mês, 6 meses, e 12 meses. Um teste paralelo avaliou a profundidade do condicionamento com NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> a 10% por 1, 2, 5, 10 ou 30min. A análise em MEV demonstrou: asperização da cerâmica após o jateamento para eliminação do revestimento; limpeza adequada dos debris do jateamento após banho em ultrassom; remoção da fase vítrea após condicionamento com soluções fluoretadas (Stripit e NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>); dos métodos de condicionamento alcalinos aquecidos, NaOH + EDTA não promoveu nenhuma modificação de superfície enquanto HCl promoveu a dissolução da fase cristalina da cerâmica, porém, verificou-se que estes métodos promovem menor rugosidade superficial e a adesão é dada basicamente pela união química com o silano, sendo então desencorajados esses 2 tipos de condicionantes químicos. Verificou-se que a quantidade de debris cristalinos formados após o condicionamento com ácidos fluoretados dependeu do tempo de condicionamento e se a área já estava jateada ou não. Houve maior formação de debris conforme aumentou-se o tempo de condicionamento, e onde houve remoção prévia da camada de reação (borra - enstatite (MgSiO<sub>3</sub>)) por meio do jateamento com alumina. Ainda, a limpeza por fricção com escova dura sob água morna ou adição de HCl e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, em abas as concentrações de 30% ou 40% na solução de NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> proporcionou remoção dos debris cristalinos inclusive aumentando a resistência de união (10 MPa -> 20 MPa) após 1 minuto de condicionamento com NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> a 24°C. Todavia, a adição de HCl e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, devido as altas concentrações (30-40%) parecem menos atraentes do que uma simples limpeza por escovação. Quanto a aplicação de silano, observou-se que os melhores resultados para o tipo y-methacryloxypropyltrimethoxysilane e estes melhores do que quando apenas condicionada a cerâmica sem aplicação do silano (10MPa -> 20MPa). A aplicação conjunta de NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> e silano gerou uma união estável e duradoura, mesmo após termociclagem e/ou 12 meses de armazenamento em água. Ainda, o método de ativação do silano por aquecimento gerou resultados ainda melhores (p < 0.0002) após 24hs (15.9-> 21.8 MPa) e após 12 meses (17.6 -> 20.6 MPa); ainda, o método de cimentação por pressão e com aquecimento do silano gerou melhores resultados após 24hs (21.8 -> 40.5) e após 12 meses (20.6 -> 32.8 MPa) de armazenamento em água, ainda é mais próxima da realidade clínica, quanto a espessura de cimento. Concluiu-se que o método de

condicionamento químico é essencial na criação de uma força durável de união; a limpeza pós-condicionamento utilizando uma escova dura sob água morna removeu os debris cristalinos e aumentou significativamente a resistência de união (100%); o aquecimento do silano e cimentação sob pressão geraram valores ainda maiores e mais duradouros de resistência ao cisalhamento.

Seguindo a necessidade constante em aprimorar o conhecimento sobre como otimizar a adesão de materiais restauradores indiretos, Roulet, Söderholm e Longmate (1995) investigaram a influência da composição do material, método de asperização de superfície, tratamento com silano, aquecimento do silano, e condições de armazenamento sobre a resistência de união. Foram utilizadas 3 cerâmicas (Dicor®, Mirage®, Vitabloc®), 3 métodos de asperização de superfície (condicionamento, jateamento, lixamento), 3 tratamentos com silanos ( $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilano [MPS], MPS + paratoluidina, vinyltrichlorosilano), 2 métodos de aquecimento de silano (20°C por 60 s, 100°C c/ aquecedor de cabelo por 60 s), e 2 condições de armazenamento (24-horas seco, 1 ano em água a 37°C). Foram utilizadas 108 combinações sendo que para cada combinação 5 espécimes foram testados. Foram confeccionados cilindros cerâmicos os quais foram cimentados adesivamente com cimento resinoso dual a cilindros cerâmicos do mesmo material. Procedeu-se então o teste de cisalhamento obtendo-se os valores de resistência de união. Os resultados revelaram que o método de asperização teve maior influencia nos resultados e dos métodos avaliados, o tipo cerâmico foi o menos relevante. Dos métodos de asperização estudados, o condicionamento com ácido hidrofúorídrico relacionou-se com maiores forças de união do que ambos jateamento ou lixamento. As cerâmicas condicionadas apresentaram resistentes à hidrólise pois permaneceram constantes mesmo após 1 ano de armazenamento em água. Nos grupos jateados e lixados a resistência de união declinou de 50-70% quando armazenados em água, comparado com o grupo armazenado a seco. O aquecimento do silano (100°C, 60 s) a base de MPS resultou num aumento (2x maior) da resistência de união comparado quando o silano foi seco a temperatura ambiente. O estudo concluiu que o embridamento micromecânico aparentava ser o fator chave no estudo da resistência de união resina-cerâmica.

Embora o aquecimento de vidros silanizados para maximizar a força de união fosse rotineiramente utilizado na indústria de vidros, este

procedimento não era utilizado ou praticado na adesão de restaurações cerâmicas. Visando estudar a influência do aquecimento do silano e do tempo entre a silanização e a cimentação Barghi, Berry e Chung (2000) confeccionaram 180 pastilhas de cerâmica feldspática VMK68 (12 x 12 x 2mm) as quais foram lixadas (#600 SiC, simula condições de asperização clínica) e divididas em 6 grupos e 18 subgrupos (n=10). Foram estudadas 4 sistemas de silanização (1 experimental [A174 silane] e 3 comerciais [Mirage; Scotchbond Ceramic Primer; Silanit]) com 3 intervalos entre a silanização e a cimentação (3min, 24hs e 7 dias). O silano Mirage (2 frascos) foi testado com e sem aquecimento e o silano experimental (A174 silane) apenas aquecido em forno a 60°C - 60min. O grupo controle consistiu num grupo não silanizado. Para simular a cimentação, foram confeccionados cilindros (2.97 mm diâmetro e 2 mm altura) de cimento resinoso dual (Mirage FLC) por meio de tubos de teflon aplicados diretamente sobre as peças cerâmicas apenas silanizadas. Após fotoativação por 120s, todos os espécimes foram armazenados em solução salina 2% a 37°C por 7 dias e então submetidos ao teste de cisalhamento. Verificou-se que todos os grupos promoveram maior força de união do que o grupo não silanizado (controle) em todos os períodos de pós-silanização avaliados (20 MPa x 3 MPa, respectivamente). Os dois silanos aquecidos aumentaram a força adesiva conforme aumentou-se o tempo pós-silanização mantendo-se significativamente maiores do que os outros grupos. Os autores atribuíram esse evento devido ao aumento das ligações cruzadas e densificação da camada de silano permitindo uma maior união compósito/cerâmica. Todavia, quando aguardado apenas 3 minutos pós-silanização, o aquecimento não gerou resultados estatisticamente melhores. Para os outros grupos, sem aquecimento do silano, houve redução da força adesiva conforme aumentou-se o período pós-silanização. A análise em MEV revelou maior número de falhas coesivas após 3 minutos, e maior numero de falhas adesivas conforme aumentou-se o tempo de pós-silanização. Concluiu-se que o aquecimento do silano promoveu maiores forças de união quando o silano permaneceu por 24hs e 7 dias na superfície cerâmica previamente à cimentação. Todavia, os silanos Mirage e Scotchbond Ceramic Primer (não aquecidos) promoveram as maiores forças de união após 3 min da pós-silanização.

O aquecimento do silano à 100°C tem mostrado melhorar a resistência de união entre resina-cerâmica. Todavia, essa alta temperatura não está ao alcance da maioria dos dentistas, sendo

necessário, portanto, estudos que comprovem essa eficácia com outros métodos de aquecimento. Dessa forma, Shen, Oh e Williams (2004) avaliaram se a secagem pós-silanização com jato de ar aquecido melhoraria a resistência a tração entre resina-cerâmica. Foram utilizados 32 blocos cerâmicos (6 x 6 x 9mm), 16 de cada cerâmica (Eris e IPS Empress), divididos em 8 subgrupos, sendo 4 procedimentos de asperização (polimento 1200 (controle) (P); jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A), condicionamento com ácido hidrófluorídrico (E), ou combinação de jateamento com condicionamento (AE)) e 2 protocolos de silanização (secagem em temperatura ambiente por 1 min e remoção do excesso com jato de ar (SR) ou com ar quente – secador de cabelo -  $45 \pm 5^\circ\text{C}$  (SH) por 2 minutos. O silano utilizado foi o Monobond-S. A resina Tetric Ceram foi então unida à cerâmica tratada com aplicação do adesivo Heliobond. Trinta e três (33) filetes foram produzidos e armazenados em água destilada por 3 semanas sendo então submetidos ao teste de tração. O modo de falha foi avaliado em MEV e análise estatística ANOVA e Tukey ( $p < 0.05$ ). O material cerâmico, o procedimento de asperização e a secagem pós-silanização foram significantes ( $p < .0001$ ). Os valores médios foram maiores para o IPS Empress, SH foi maior que SR para todos os procedimentos de asperização e AE foi o melhor procedimento de asperização. Citando alguns resultados para a cerâmica IPS Empress, AE/SH (28.7 MPa) > AE/SR (23.2 MPa); E/SH (22.7 MPa) > E/SR (17.1 MPa). O aquecimento do silano promoveu um maior grau de condensação do silano, o que diminuiu sua espessura e evitou a formação de uma camada contínua de adesivo. Houve ainda, um aumento no número de falhas coesivas em resina. Esse estudo *in vitro* demonstrou que a secagem do silano com jato de ar aquecido previamente a aplicação do adesivo resinoso poderia gerar uma união mais durável para o reparo cerâmico com resina composta do que apenas a secagem em temperatura ambiente.

Monticelli et al., (2006) avaliaram o efeito de diferentes agentes silanos e temperaturas de secagem sobre a resistência de união de pinos de fibra de quartzo translúcidos à resina composta. Foram utilizados 30 pinos de fibra de quartzo (60% quartzo, 40% matriz de resina epóxi) (DT Light Post #2, RTD, St. Egéve, França). A superfície dos pinos foi condicionada com peróxido de hidrogênio por 20 min. Foram então divididos 6 grupos ( $n=5$ ) utilizando 3 tipos de silanos: pré-hidrolizado 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (3-MPS) (Monobond-S, Ivoclar), de dois componentes 4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride /

trimethoxysilyl propyl methacrylate (4-META / MPTS) (Porcelain Liner M, Sun Medical Co. Ltd.) e outro pré-hidrolizado glycid-oxi-propyl-trimetil-oxi-silane (GPS) (Porcelain Silane, Or-Yenuda) e 2 temperaturas de secagem pós-silanização (21°C - ambiente e 38°C – aquecido). Os pinos foram então encobertos com uma resina composta dual (Core Paste XP), seccionados em filetes e realizado o teste de microtração após 24hs ( $p < 0.05$ ). Além do teste de microtração, realizou-se análise em estereomicroscópico e medição do pH. A análise em estereomicroscópico foi realizada a 40X de magnificação visando determinar o modo de falha (adesiva, coesiva ou mista). A resistência de união foi influenciada pela temperatura de secagem e pela aplicação de diferentes silanos. Interações entre os produtos também foram significantes ( $p < 0.001$ ). A secagem à quente determinou maiores resistências de união (11.6 MPa (GPS) e 11.7 MPa (4-META / MPTS)). Esses dois sistemas apresentaram menores resistências de união (6.9 e 8.8 MPa, respectivamente) do que o Monobond-S (3-MPS) (11.0 MPa) quando secos em temperatura ambiente à 21°C. A secagem à quente não aumentou a resistência de união à todos os produtos pois o silano Monobond-S (3-MPS) não obteve diferenças estatisticamente significantes quando seco à 21°C ou 38°C (11.0 MPa e 11.4MPa). O estudo concluiu que a composição do agente de união silano em termos de conteúdo ácido (pH), concentração do solvente ou grau de hidrólise pode influenciar a resistência de união resina/pino quando secos à 21°C. A secagem à 38°C parece facilitar a evaporação dos solventes presentes no silano resultando no aumento da resistência de união resina/pino, porém, o silano pré-hidrolisado a base de água Monobond-S (3-MPS) foi menos influenciado pelo aumento da temperatura de secagem (não significativo estatisticamente).

Existem alguns relatos de que a melhora na reação de condensação do silano, por exemplo, pelo uso do calor, poderia resultar numa melhora significativa na união resina-cerâmica. Sendo assim, Fabianelli et al., (2010) investigaram o efeito do tratamento com ar quente e da aplicação do silano, com e sem a aplicação do ácido hidrofluorídrico (HF). O objetivo foi determinar se o tratamento com calor pós-silanização poderia melhorar a resistência de união entre resina composta e cerâmica a certo grau que o passo do condicionamento com ácido fluorídrico se tornasse redundante. Foram utilizados 24 blocos cerâmicos (1 X 1 X 1 cm) reforçado por leucita (IPS Empress, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) produzidos pela técnica da cera perdida. Todos os blocos foram lixados, em água

corrente, com papel de carbetto de silício #600 para standartização e após, limpos em banho ultrasônico por 5 min para remover quaisquer contaminantes oriundos do lixamento. Foram divididos então 4 grupos de acordo com o tratamento de superfície: G1: ácido hidrofluorídrico (HF) + silano; G2: apenas silano; G3: HF + silano seco com ar quente (100°C – secador de cabelo customizado à 1cm de distância); G4: apenas silano seco com ar quente (100°C). Após, aplicou-se um adesivo sem carga e confeccionou-se um bloco de resina de 0,8 cm por técnica incremental e de força constante de 1kg. Os espécimes foram então cortados obtendo-se de 12 a 14 filetes que foram submetidos ao teste de microtração. O modo de falha foi classificado pelo uso de estereomicroscópio 20X e MEV 200X (amostras representativas) em adesivo ou coesivo. Os grupos onde aplicou-se ar quente (G3 - 27.8 MPa e G4 - 28.5 MPa ) alcançaram uma força de união significativamente maior do que os grupos G1 (22.8 MPa) e G2 (18.5 MPa). Nos grupos onde não se aplicou ar quente, o pré tratamento da superfície com HF no G1 resultou em uma maior resistência de união do que o G2 (sem HF). As falhas foram na maioria coesivas na resina para G1, G3 e G4 e adesivas na interface cerâmica-resina para o G2. Concluiu-se que: 1) o método de aplicação do silano na superfície cerâmica pode ter uma significativa influência na adesão resina-cerâmica. 2) O aumento da reação de condensação pela secagem do silano com ar quente à 100°C aumentou significativamente a resistência de união à microtração, eliminando, possivelmente, a necessidade da aplicação do ácido hidrofluorídrico. Entretanto, são necessários mais estudos para determinar se resultados similares são alcançados com outros tipos de cerâmicas vítreas, bem como da avaliação dos resultados ao longo prazo.

Pereira et al., (2010) avaliaram a influência dos procedimentos de evaporação do silano sobre a resistência de união à microtração entre uma cerâmica dental e um cimento resinoso ativado quimicamente. Foram utilizados 18 blocos de cerâmica IPS Empress 2 (6mm X 14mm X 14mm) e que foram cimentados por meio de um cimento resinoso quimicamente ativado (C e B, Bisco) à blocos de resina composta (InTen-S, Ivoclar-Vivadent) utilizando o sistema adesivo (Lok, SDI). Nesse estudo foram divididos 6 grupos de acordo com o tratamento cerâmico sendo: 2 grupos controle (NT=sem tratamento e HSF=ac. Hidrofluorídrico 10% + silano Monobond-S seco em temperatura ambiente); Nos outros grupos foram empregados diferentes procedimentos de evaporação (SRT=silano lavado e seco à temperatura



ambiente, SBRT=silano seco com água fervente e seco em temperatura ambiente; SBH= silano seco com calor de 50°C; SHBRT= silano seco à 50°C, lavado em água fervente e seco à temperatura ambiente). Os blocos cimentados foram armazenados por 7 dias e seccionados para obter filetes de microtração e estes foram testados 30 dias após. Realizou-se análise do padrão de fratura por microscópio ótico e eletrônico de varredura. Todos os blocos do grupo NT (não tratado) descolaram durante a secção. O teste ANOVA revelou maiores forças de união para o grupo HFS do que para os outros grupos. SBRT e SBH foram estatisticamente iguais, com resultados maiores do que SRT e SHBRT. As falhas foram 100% adesivas para os grupos SRT e SHBRT. Ocorrem falhas coesivas dentro da zona adesiva HFS (30%), SBRT (24%) e SBH (40%). Conclui-se que o silano aumentou a resistência de união à microtração em todas as condições avaliadas, sendo melhor quando associado ao ácido fluorídrico 10%. Ainda, o aquecimento do silano teve influência positiva na resistência de união, porém inferior a resistência obtida com o ácido fluorídrico.

Carvalho et al., (2011) avaliaram a influência do tratamento térmico (HT) do silano sobre a resistência à microtração do cimento resinoso modificado (contendo MDP) e uma cerâmica feldspática. Cerâmica (VM7 VITA) e blocos de resina composta (N = 32) foram divididos em quatro grupos (n = 6 para o teste de união, n = 2 para MEV) de forma aleatória e sujeito a seguinte seqüência de condicionamento: G1: HF 9,6% + silano (Clearfil Ceramic Primer (contendo MDP) + Panavia F2.0 (contendo MDP), G2: HF 9,6% + silano + HT + Panavia F2.0, G3: Silano + HT + Panavia F2.0, e G4: Silano + Panavia F2.0. O aquecimento do silano foi realizado em um forno (100 ° C, 2 minutos). Verificou-se que G1 ( $17,6 \pm 2,3$  MPa) e G2 ( $19 \pm 3,2$  MPa) apresentaram resistência de união significativamente maior média do que os de G3 ( $9,1 \pm 2,8$  MPa) e G4 ( $10,9 \pm 1,8$  MPa). Ainda, G1=G2 e G3=G4. A análise em MEV mostrou falhas exclusivamente mistas. Concluiu-se que o aquecimento do silano não aumentou a resistência de união, independente da utilização ou não do ácido fluorídrico. Ainda, os grupos condicionados apresentaram maior resistência de união do que os grupos apenas silanizados, independente do aquecimento do silano.

Queiroz et al. 2012 caracterizaram a superfície de uma cerâmica feldspática após distintos protocolos de silanização. Espécimes em forma de barra (n=18) da cerâmica VITA VM7 foram confeccionados,

lixados e limpos em banho ultrassônico previamente à silanização. Nove grupos foram formados em função do modo de aplicação do silano (ESPE-Sil, 3M): G20: em ambiente com 20°C; G38: aquecimento a 38°C por 1min em forno; G79: aquecimento a 79°C por 1min em forno; G100: aquecimento a 100°C por 1min em forno; GC: controle, sem silanização. Os quatro demais grupos (G20B, G38B, G79B e G100B) seguiram os mesmos protocolos que os anteriores, porém com posterior lavagem em água quente a 80°C durante 15 segundos. Além disso, a espessura da película do silano sobre os espécimes foi mensurada por meio de elipsometria, a rugosidade superficial foi aferida antes e após as silanizações, foi realizada análise em MEV e análise infravermelha de Fourier (ATR FT-IR). Verificou-se que todos os tratamentos térmicos reduziram a espessura da película do silano (de 40nm para 30-33nm), e que esta tendência foi confirmada mais ainda nos grupos que receberam o banho final a 80°C (9-14nm). A rugosidade também foi reduzida após os tratamentos térmicos pós-silanização. Concluiu-se que o quecimento do silano a base de 3-MPS nas temperaturas de 38, 79 e 100°C melhoraram a qualidade da camada de silano e reduziram a espessura, comparado com a secagem em temperatura ambiente (20°C). Ainda, a lavagem com água fervente 80°C (15s) eliminou as camadas não reagidas do silano, gerando espessuras ainda menores e mais resistentes.



### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O teste de microtração foi utilizado para avaliar o efeito de 06 diferentes tratamentos de superfície de uma cerâmica vítrea reforçada por di-silicato de lítio para o sistema CAD/CAM (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein), quando cimentada à uma pastilha de resina composta, utilizando um cimento resinoso dual (Variolink II, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein).

#### 3.1 FABRICAÇÃO DAS PASTILHAS CERÂMICAS

Para simular a cimentação de uma restauração indireta, foram confeccionadas pastilhas cerâmicas a partir de blocos de cerâmica vítrea reforçada por di-silicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) destinados a restaurações pelo sistema CAD/CAM. Para obtenção das pastilhas, os blocos foram adaptados à máquina de corte Isomet 1000 (Buehler; Lake Buff, IL, Estados Unidos) e cortados perpendicularmente ao seu longo eixo, mediante refrigeração com água, em baixa velocidade (400 rpm com peso de 300 g) (Fig. 1). Foi possível confeccionar, aproximadamente, 4 pastilhas cerâmicas de 3 mm de espessura, a partir de cada bloco pré-fabricado (12 mm comprimento x 10 mm altura x 3 mm largura). Após o corte, as pastilhas foram queimadas seguindo as instruções do fabricante (Fig. 2). Os blocos do sistema e.max CAD apresentam-se num formato de metasilicato de lítio que possui menor resistência e coloração azulada, visando facilitar o processo de usinagem da peça protética pelo sistema CAD/CAM. Durante a etapa de queima, os cristais de metasilicato transformam-se em cristais de di-silicato de lítio aumentando seu tamanho (de 0,5  $\mu\text{m}$  para 1,5  $\mu\text{m}$ ) e, conseqüentemente, o volume da matriz cristalina (de 40% para 70%). Essa mudança da fase cristalina e de aumento na quantidade de matriz cristalina da cerâmica eleva as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica e confere suas características ópticas finais.

Após a queima, a superfície de cimentação/interna foi polida metalograficamente com lixa de Carbetto de Silício (SiC) em granulação decrescente #600 e #1200 (Acqua Flex-Norton, São Paulo, Brasil) em uma politriz (Panambra Struers DP-10, Panambra, São Paulo, Brasil) sob irrigação constante e, na seqüência, limpos em banho ultrassônico com água destilada por 5 minutos (Fig. 2).

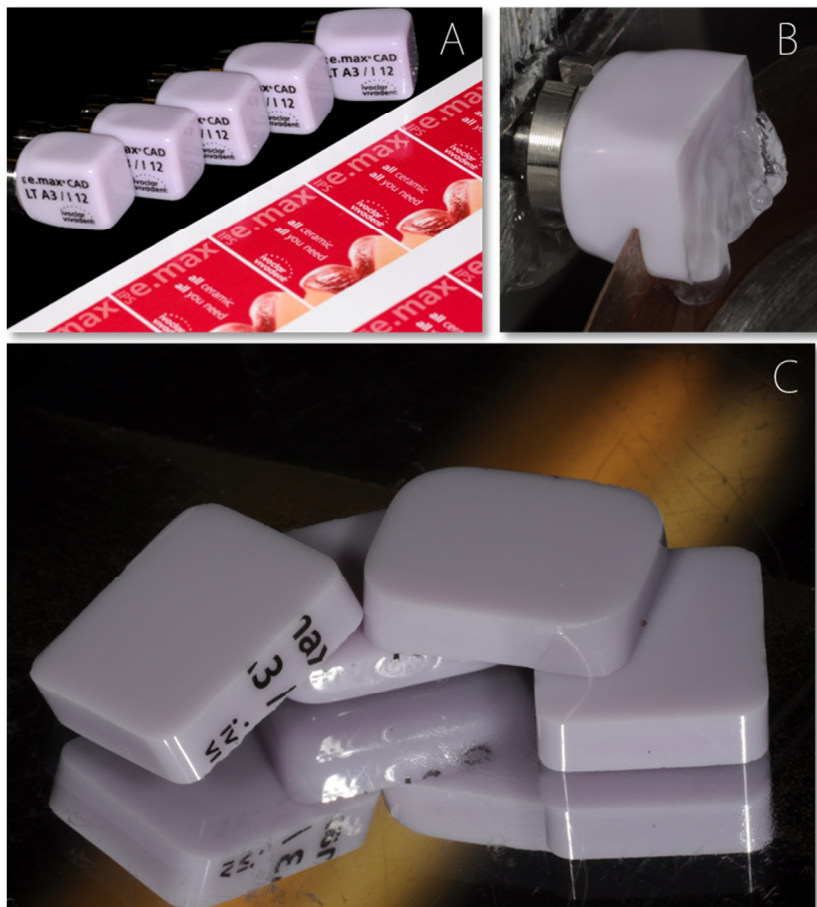
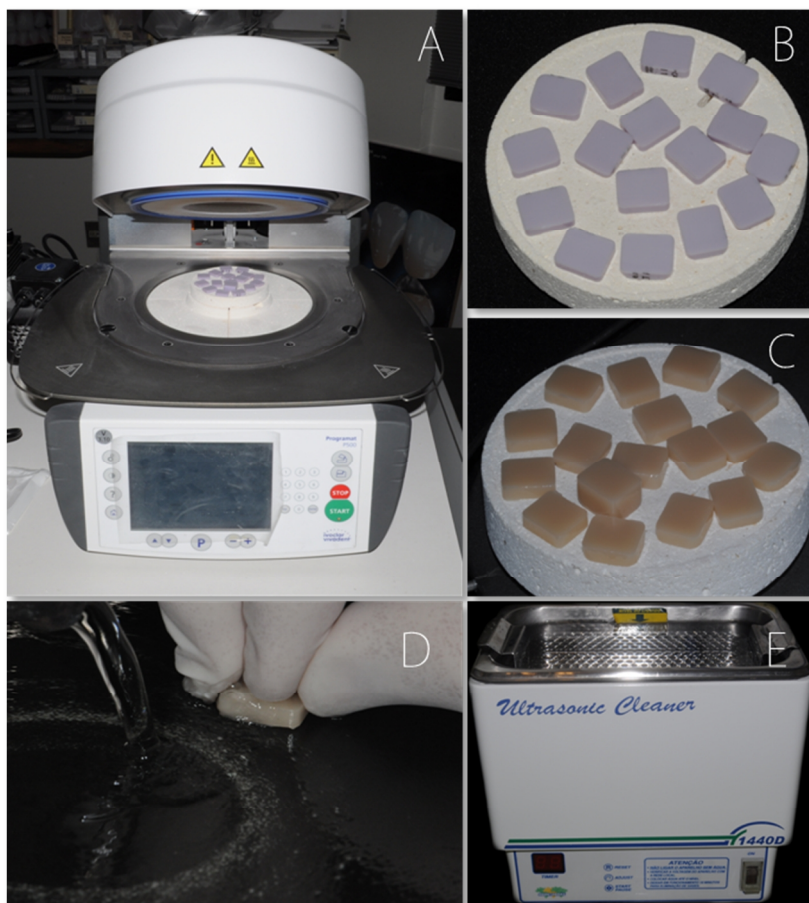


Figura 1 – Fabricação das pastilhas cerâmicas (a).



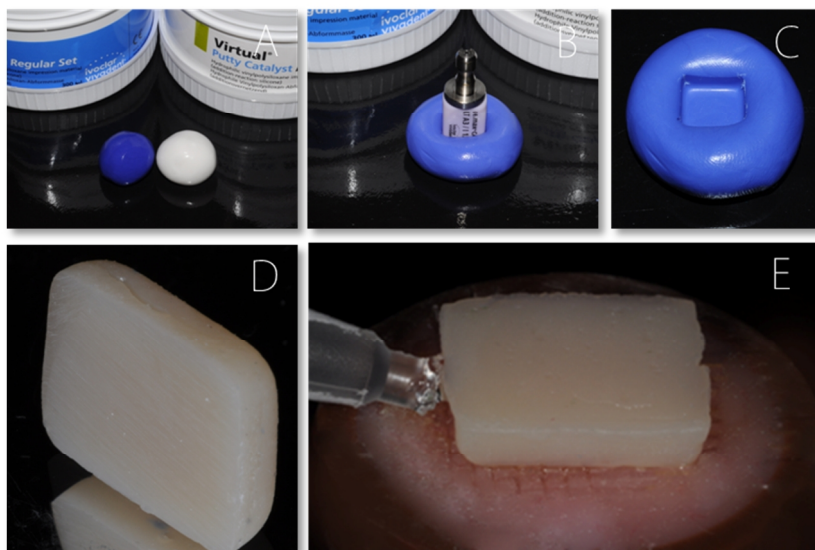
**Figura 2 - Fabricação das pastilhas cerâmicas (b).**

### 3.2 FABRICAÇÃO DAS PASTILHAS DE RESINA COMPOSTA

A fim de duplicar as pastilhas cerâmicas, um bloco cerâmico foi moldado com silicone de adição (Virtual, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein). No molde obtido, uma resina composta de cor EA4 (Four Seasons, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) foi condensada em 2 camadas (aprox. 2 mm) e cada camada foi fotoativada por 60

segundos (Ultra Blue IS 600 mW, D.M.C. EQUIPAMENTOS LTDA, São Carlos, SP, Brasil, 600 mW/cm<sup>2</sup>), até o preenchimento, obtendo-se uma pastilha de resina composta (polímero) compatível com as dimensões da pastilha cerâmica (Fig. 3A-D).

As pastilhas de resina (polímero) foram fabricadas imediatamente antes da cimentação de cada grupo, visando obter a maior força coesiva possível com o cimento resinoso, evitando-se assim, falhas na interface cimento-polímero, como relatado por Lin et al. (2010). Cada pastilha de resina composta (polímero) foi colada (Superbonder, Loctite; São Paulo, Brasil) sobre uma base circular plana de resina acrílica autopolimerizável (Fig. 3E).



**Figura 3 - Fabricação das pastilhas de resina composta**

### 3.3 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E GRUPOS EXPERIMENTAIS

Seguindo as instruções do fabricante, o tratamento de superfície por jateamento com óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ou com pérolas de vidro para polimento não foi executado. Inicialmente, as pastilhas cerâmicas foram incluídas em um silicone de adição (Virtual, Ivoclar Vivadent;

Schaan, Liechtenstein) de modo a expor apenas uma face da pastilha cerâmica. Essa face exposta representa, clinicamente, a face interna da peça cerâmica no momento da cimentação adesiva. O tratamento de superfície da cerâmica exposta, para todos os grupos, iniciou com a aplicação do ácido hidrofúorídrico (HF) 10% (Condac Porcelana, FGM; Joinville, Santa Catarina, Brasil). O HF foi espalhado com auxílio de um pincel descartável por 20 segundos, seguindo as instruções do fabricante. Doze pastilhas cerâmicas foram, então, aleatoriamente distribuídas em 6 grupos experimentais, variando-se os métodos de limpeza pós condicionamento e/ou de secagem do silano, conforme apresentado a seguir (n=30) (Fig. 4):

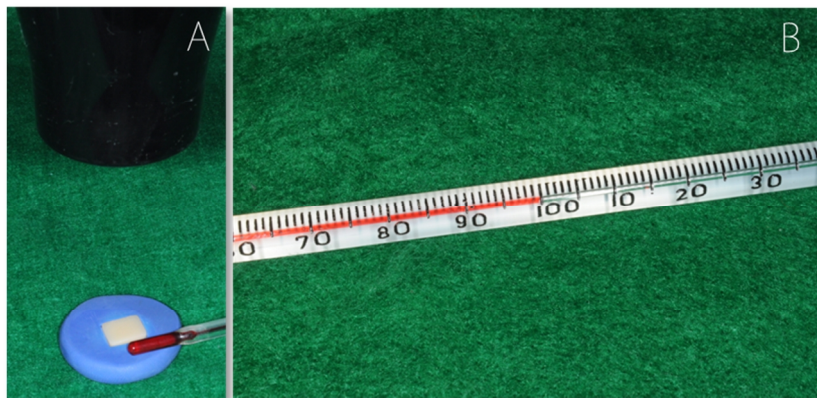
1. **SL/SNA [controle 1] (sem limpeza, silano não aquecido):** Após condicionamento com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 s (HF), a superfície cerâmica foi limpa apenas com uma lavagem em água corrente por 20 s. A superfície foi então seca com jato de ar livre de óleo e foi aplicado o agente silano de união pré-hidrolisado (Monobond S, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) recomendado pelo fabricante do sistema cerâmico. O agente silano foi aplicado com o uso de um pincel descartável por 5 segundos sendo deixado na superfície por 60 segundos e seco com suaves jatos de ar livre de óleo, em temperatura ambiente (23°C), seguindo as instruções do fabricante.
2. **SL/SA [controle 2] (sem limpeza, silano aquecido):** Após condicionamento com ácido hidrofúorídrico 10% por 20 s (HF), a superfície cerâmica foi limpa apenas com uma lavagem em água corrente (torneira) por 20 s. A superfície foi então seca com jato de ar livre de óleo e foi aplicado o agente silano de união pré-hidrolisado (Monobond S, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein). O agente silano foi aplicado com o uso de um pincel descartável por 5 s e a secagem foi realizada com aquecimento à  $100\pm5^{\circ}\text{C}$  por 1 min utilizando um secador de cabelo (FABIANELLI *et al.*, 2010; ROULET *et al.*, 1995). A temperatura foi aferida por um termômetro posicionado próximo à pastilha cerâmica e o secador foi empunhado com altura variável, de modo a manter constante a temperatura de aquecimento do silano (Fig. 5).
3. **SAA/SNA (Spray ar-água + silano não aquecido [Padrão clínico]):** Após aplicação do HF a superfície cerâmica foi limpa com spray ar-água livre de óleo a uma distância de 10 mm por 30



segundos à 4 bar de pressão. A superfície foi então seca com jato de ar livre de óleo e foi aplicado o agente silano de união pré-hidrolisado (Monobond S, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) recomendado pelo fabricante do sistema cerâmico. O agente silano foi aplicado com o uso de um pincel descartável por 5 segundos sendo deixado na superfície por 60 segundos e secos com suaves jatos de ar livre de óleo, em temperatura ambiente (23°C), seguindo as instruções do fabricante.

4. **SAA/SA (Spray ar-água + silano aquecido):** Após aplicação do HF a superfície cerâmica foi limpa com spray ar-água livre de óleo a uma distância de 10mm por 30 segundos à 4 bar de pressão. A superfície foi então seca com jato de ar livre de óleo e foi aplicado o agente silano de união pré-hidrolisado (Monobond S, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein). O agente silano foi aplicado com o uso de um pincel descartável por 5 s e a secagem foi realizada com aquecimento à  $100\pm 5^{\circ}\text{C}$  por 1 min utilizando um secador de cabelo. A temperatura foi aferida por um termômetro posicionado próximo à pastilha cerâmica e o secador foi empunhado com altura variável, de modo a manter constante a temperatura de aquecimento do silano (Fig. 5).
5. **SAA/AF/SNA (Spray ár-água + ácido fosfórico + silano não aquecido):** Após aplicação do HF a superfície cerâmica foi limpa com spray ar-água livre de óleo a uma distância de 10 mm por 30 segundos à 4 bar de pressão. Após secagem com jato de ar, a limpeza foi complementada com um gel de ácido fosfórico à 37% (Total Etch, Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein) esfregando-o gentilmente por 1 minuto. Em seguida, o gel de ácido fosfórico foi lavado em água corrente por 30 s. O agente silano foi aplicado com o uso de um pincel descartável por 5 segundos sendo deixado na superfície por 60 segundos e secos com suaves jatos de ar livre de óleo, em temperatura ambiente (23°C), seguindo suas instruções de uso.
6. **SAA/AF/SA (Spray ar-água + ácido fosfórico + silano aquecido):** Após aplicação do HF a superfície cerâmica foi limpa com spray ar-água livre de óleo a uma distância de 10 mm por 30





**Figura 5 - Padronização do aquecimento do silano.**

### 3.4 PADRONIZAÇÃO DA CIMENTAÇÃO

Após a execução dos métodos de limpeza e de secagem do silano mencionados acima, cada pastilha cerâmica foi cimentada à pastilha correspondente de resina composta, empregando o cimento resinoso dual Variolink II (Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein). A proporção de cimento utilizada foi de uma parte de pasta base e uma parte de pasta catalisadora (1:1), espatuladas (10 s) sobre um bloco de papel com espátula metálica nº24F (SSWhite Duflex; Rio de Janeiro, Brasil), conforme as recomendações do fabricante. Após a espatulação, o cimento foi aplicado, uniformemente, sobre toda a superfície da cerâmica.

Para que houvesse uma padronização da carga e do tempo de cimentação do conjunto cerâmica-cimento-polímero, no momento do assentamento da pastilha de cerâmica, foram acoplados 5 pesos de 200g cada sobre um dispositivo metálico (gentilmente cedido pela Dra. Flávia Delbons). O dispositivo possui duas bases circulares, uma inferior fixa e uma superior, que se move por duas barras paralelas, presas à base inferior. Do centro da base superior, sob ela, há um braço fixo com uma ponta metálica horizontal móvel, entra em contato com a cerâmica, pressionando-a de acordo com o peso colocado sobre a base superior móvel, que no caso deste trabalho foi de 1 Kg e por um tempo de 10 s (MAGNE; CASCIONE, 2006).

Após a cimentação com carga e tempo padronizados, removeu-

se os excessos de cimento, cuidadosamente, utilizando um pincel descartável. A fotoativação foi iniciada por oclusal e estendida para todos os lados da peça (“mesial, distal, vestibular e lingual”) durante 60 s para cada lado (600 mW/cm<sup>2</sup>) totalizando 300 s. Os blocos foram armazenados por 24 horas em água destilada a 37°C.

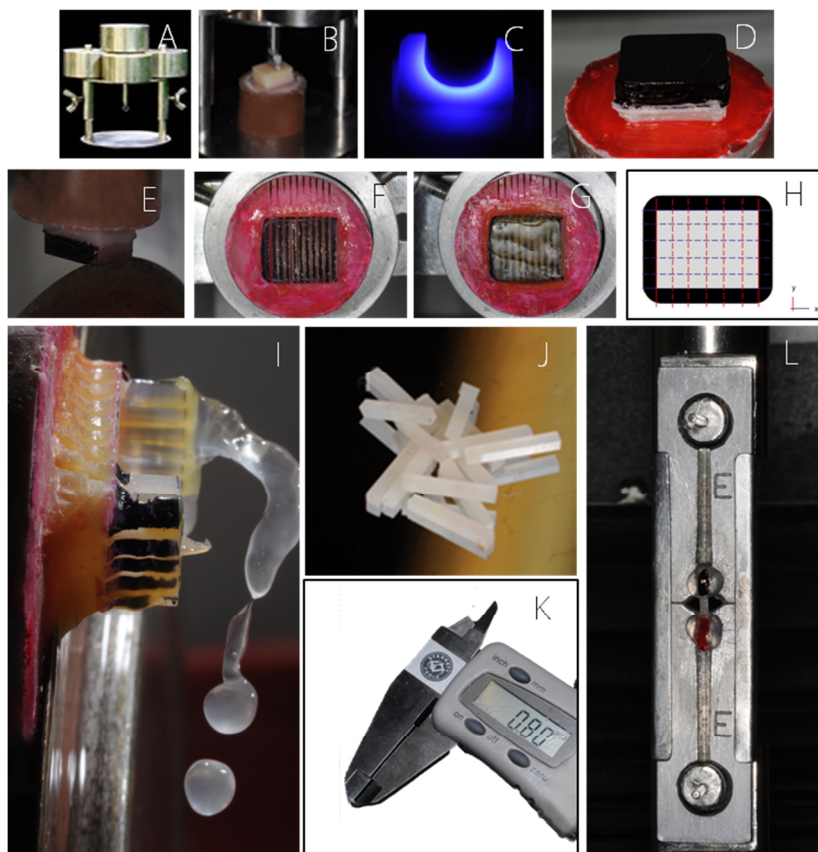
### 3.5 PREPARARAÇÃO PARA O TESTE DE MICROTRAÇÃO

Após o período de armazenamento, os blocos foram adaptados individualmente em um suporte circular metálico acoplado à máquina Isomet 1000 (Buehler, Lake Buff, IL, Estados Unidos). Os blocos foram cortados, longitudinalmente, por um disco diamantado dupla face (102mm de diâmetro x 0,3mm de espessura, Ukam; Valencia, CA, Estados Unidos) sob refrigeração por água, seguindo a metodologia de microtração sem preparo (“nontrimming technique”) proposta por Shono et al. (1999). Em cada bloco, foram realizados aproximadamente 10 cortes no eixo “x” (400 rpm, 300 g) gerando 11 fatias. Em seguida, o bloco foi girado em 90°, recoberto com cera pegajosa, e foram realizados aproximadamente 7 cortes no eixo “y” (350 rpm, 200 g) gerando 8 fatias. Essa redução da velocidade e carga para o corte do eixo “y” foi determinada por meio de um estudo piloto, que teve por obtivo obter a combinação ideal que agilizasse o processo de corte e minimizasse as falhas pré-teste e/ou descolamento do bloco da base circular acrílica pelo estresse de corte, inerente ao tipo de teste. Para cada bloco, foram descartadas 2 fatias de cada extremidade de cada eixo de corte, visando evitar um erro de pesquisa devido ao excesso ou ausência de cimento resinoso nesse local. Sendo assim, cada bloco gerou aproximadamente 54 espécimes (filetes) para o teste de microtração com área transversal de união de aproximadamente 0,64mm<sup>2</sup> (0,8mm x 0,8mm). Dessa maneira os cortes foram separados por 1,1mm (0,8mm do tamanho desejado + 0,3mm da espessura do disco). Foram utilizados 2 pastilhas por grupo visando repetir mais de uma vez o protocolo adesivo e diminuir a chance de um possível erro. Dessa forma, para cada grupo foram confeccionados, em média, 108 filetes.

Foram, aleatoriamente, selecionados 30 filetes para cada grupo (15/bloco). Previamente ao teste, as dimensões de cada filete foram obtidas por meio de um paquímetro eletrônico digital, para calcular área transversal de união. Cada filete, aleatoriamente selecionado, foi colado com cianoacrilato (Superbond, Loctite; São Paulo, Brasil) no

dispositivo de Geraldeli, desenvolvido para transmitir puramente forças de tração. O teste de microtração foi realizado na máquina de ensaio universal (Modelo 4444 Instron, Canton, MA, USA) com velocidade de 0,5 mm/min. A força máxima de fratura foi aferida em Quilonewton (KN), convertida em Newton (N) e, em seguida, dividida pela área da secção transversal de união, expressando a resistência de união em MegaPascals (MPa). Após a fratura, os filetes foram cuidadosamente removidos do dispositivo de Geraldeli, posicionados verticalmente com as faces fraturadas sobre uma lâmina de cera utilidade e armazenados em recipiente plástico contendo sílica gel.

Os dados obtidos (MPa) foram tabulados (Excel 2010) e analisados estatisticamente pelo teste ANOVA de 2 fatores para avaliar o efeito dos fatores independentes (protocolo de limpeza e aquecimento do silano) sobre a variável dependente (resistência de união à microtração). Possíveis interações foram incluídas na análise. Para comparar o efeito entre os diferentes tratamentos, foi utilizado o teste ANOVA de 1 fator e Tukey HSD (Minitab 16.1.1, Minitab Inc., State College, PA, EUA). O tamanho da amostra utilizado no presente estudo (30/grupo), visou aumentar ainda mais a força do teste estatístico, sendo necessários 26 espécimes para assegurar força máxima 0.99 ao nível máximo de significância permitido ( $\alpha = 1\%$ ).



**Figura 6 - Preparação para o teste de microtração. Dispositivo de cimentação (A). Cimentação com carga e tempo padronizados (B). Fotoativação por todas as faces livres (C). Obtenção do conjunto cerâmica-cimento-polímero e seccionamento para obtenção dos filetes (D-J). Aferição da área de secção transversal (K). Tração dos filetes utilizando o dispositivo de Geraldini acoplado a uma máquina de ensaios universais (L)**

### 3.5 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO), MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ANÁLISE EDX

Os modos de fratura de todos os espécimes foram avaliados através de um microscópio óptico digital (DM 4000 M, Leica; Wetzlar, Alemanha), em um aumento de 50x, e classificados em: adesiva (A) nas interfaces cimento resinoso-cerâmica ou cimento resinoso-polímero, coesiva (C) envolvendo apenas um dos substratos (cerâmica, cimento resinoso ou polímero) e mista (M) envolvendo alguma das interfaces da falha adesiva em conjunto com a fratura de um ou ambos os substratos. Quando houve dificuldade em determinar o modo de fratura, os espécimes foram recobertos com ouro e avaliados sob microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Philips XL 30, Philips Electronic Instruments Inc., Mahwah, NJ, EUA). Para ilustrar a morfologia das interfaces fraturadas, a área transversal fraturada de 3 filetes de cada grupo foram avaliadas em MEV (80x).

Além da análise dos espécimes fraturados, foi realizada, em paralelo, análise em MEV da superfície cerâmica para avaliar os efeitos causados pelos métodos de limpeza pós-condicionamento. Para tal, utilizaram-se 2 pastilhas cerâmicas tratadas, de cada protocolo de limpeza pós-condicionamento (SL, SAA e SAA/AF), em aumento de 750x e 1500x. Todas as amostras foram analisadas através de um aparelho de Raios-X EDX (EDXA, EUA), acoplado ao microscópio eletrônico (MEV), para a análise qualitativa e quantitativa dos elementos químicos presentes nas áreas escaneadas (1500x). Todos os picos e porcentagens dos elementos químicos detectados foram registrados e representados em gráficos.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO

Foram detectados efeitos significativos do aquecimento do silano, do método de limpeza e da interação entre essas duas variáveis, sobre a resistência de união à microtração, pelo teste ANOVA 2 ( $p < 0.0001$ , ver tabela 1). O número de falhas pré-teste e de espécimes testados para cada grupo estão expressos na tabela 2. As médias de resistência de união à microtração, desvios-padrão (DP) de todos os grupos estão dispostas na tabela 3. Os dados foram arredondados para dígitos significativos. A tabela 3 revela os resultados da análise estatística ANOVA 1 e Tukey para detectar diferenças entre as médias dos grupos ( $p < 0.01$ ).

### 4.2 ANÁLISE DAS FRATURAS

O resultado da análise do tipo de fratura, determinado sob microscópio óptico, está disposto na tabela 3. As fraturas foram do tipo: adesiva – envolvendo apenas a interface cerâmica-cimento resinoso; mista – envolvendo a interface adesiva e fratura coesiva no cimento resinoso; coesiva – envolvendo apenas o cimento resinoso. Não ocorreram falhas na interface cimento resinoso-polímero. Imagens representativas dos tipos de fratura foram realizadas utilizando o MEV (Fig. 7-9).



**Tabela 1 – Resultados do teste ANOVA de 2 fatores para os dados de resistência de união à microtração.**

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	p*
Aquecimento	1	2044.7	667.6	667.6	14.51	<b>0.000</b>
Limpeza	2	22807.0	19692.5	9846.2	213.93	<b>0.000</b>
Aquecimento* Limpeza	2	1508.2	1508.2	754.1	16.39	<b>0.000</b>
Error	169	7778.2	7778.2	46.0		
Total	174	34138.2				
*p<0.01						

**Tabela 2 – Número de espécimes produzidos, falhas pré-teste e número de espécimes testados.**

Grupo	No. de espécimes produzidos (N)	No. de falhas pré-teste (%)	No. de espécimes testados (n)
G1 SL/SNA	<b>112</b>	<b>112 (100%)</b>	<b>0</b>
G2 SL/SA	<b>112</b>	<b>74 (66%)</b>	<b>19</b>
G3 SAA/SNA	<b>108</b>	<b>36 (33%)</b>	<b>30</b>
G4 SAA/AF/SNA	<b>116</b>	<b>14 (12%)</b>	<b>30</b>
G5 SAA/SA	<b>112</b>	<b>32 (28%)</b>	<b>30</b>
G6 SAA/AF/SA	<b>108</b>	<b>18 (17%)</b>	<b>30</b>

**Tabela 3 – Média de resistência de união à microtração, desvio padrão e tipo de fratura.**

Grupo		Média (MPa)	DP	Tipo de fratura		
				Adesiva*	Mista	Coesiva**
G1	SL/SNA	0.0	0.0 <sup>d</sup>	30	-	-
G2	SL/SA	11.3	3.2 <sup>c</sup>	17	2	0
G3	SAA/SNA	32.3	9.4 <sup>a</sup>	7	16	7
G4	SAA/SA	28.6	7.1 <sup>ab</sup>	12	17	1
G5	SAA/AF/SNA	25.2	6.6 <sup>b</sup>	4	20	6
G6	SAA/AF/SA	30.1	8.9 <sup>ab</sup>	3	17	10

DP: Desvio padrão. \*Adesiva na interface cerâmica-cimento resinoso; \*\*coesiva no cimento resinoso. Médias com as mesmas letras sobrescritas não são estatisticamente diferentes ( $p < 0.01$ ).

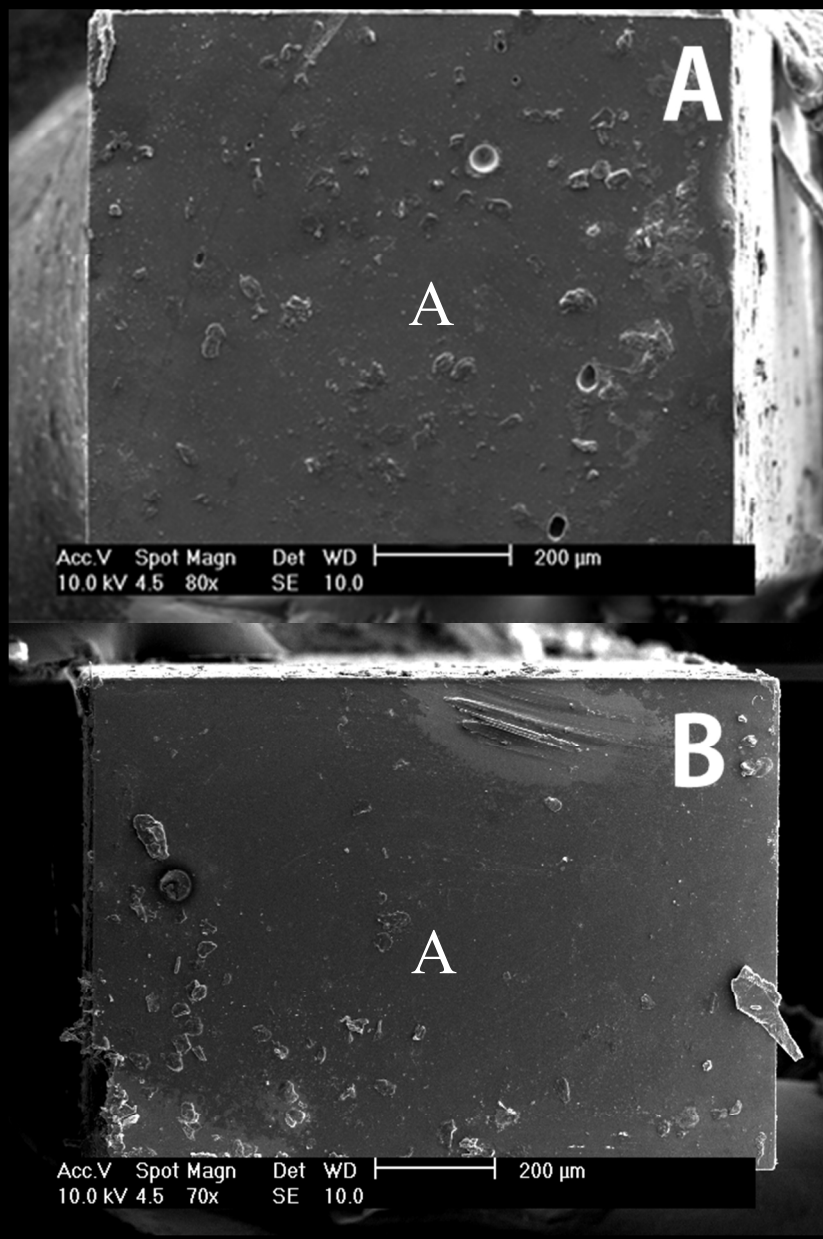


Figura 7 – Fotomicrografias obtidas em MEV representando as falhas adesivas (A) na interface cerâmica-cimento resinoso. (A) Metade cerâmica. (B) Metade resinoso.

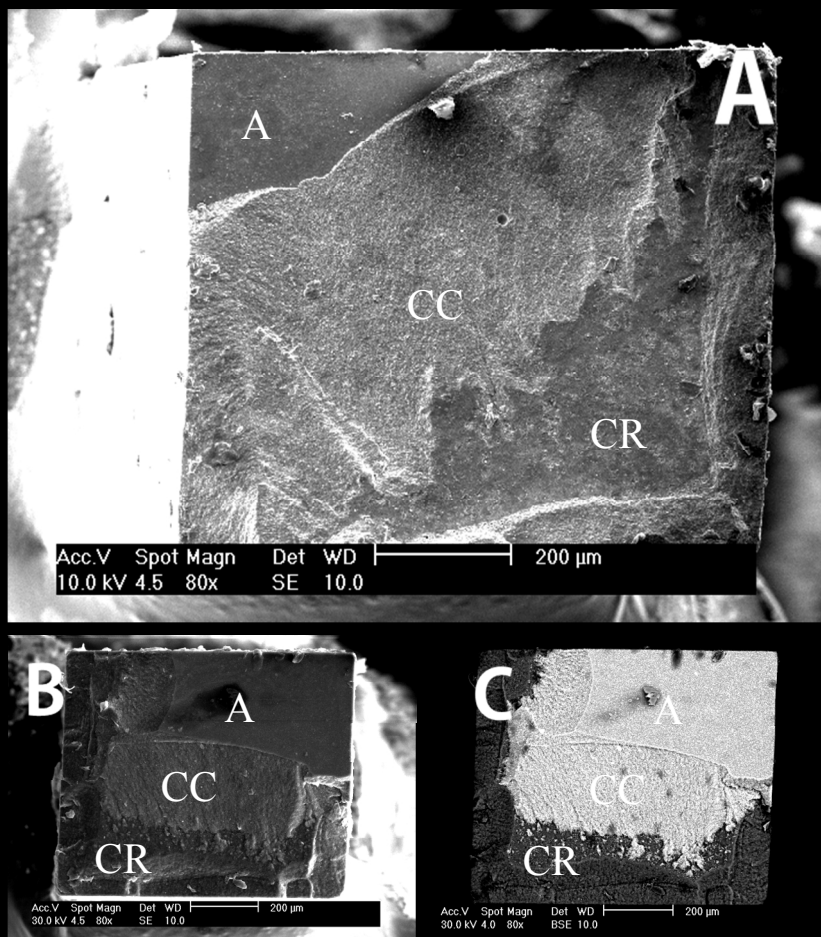


Figura 8 - Fotomicrografias obtidas em MEV representando as falhas mistas. (A) Metade cerâmica. (B e C) Metade resinosa. (C) Avaliação da metade resinosa fraturada no modo de elétrons retroespalhados (BSE). Essa análise fornece um maior contraste entre resina e cimento resinoso e revela uma fratura mista onde houve fraturas coesivas em resina (CR) e cimento resinoso (CC) bem como adesiva (A) na interface cerâmica-cimento.

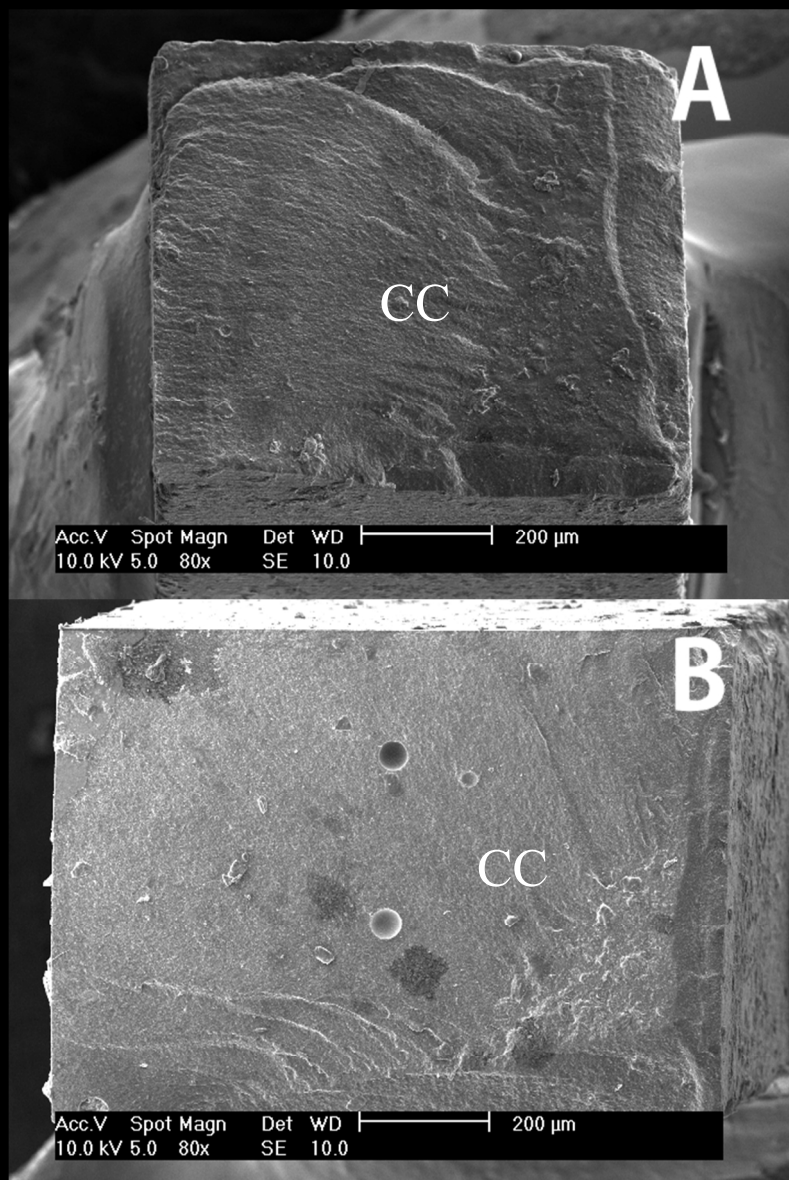


Figura 9 – Fotomicrografias obtidas em MEV representando as falhas coesivas. (A) Metade cerâmica. (B) Metade resinosa. As falhas coesivas ocorreram exclusivamente no cimento resino (CC).

### 4.3 ANÁLISE DA MORFOLOGIA DE SUPERFÍCIE SOB MEV

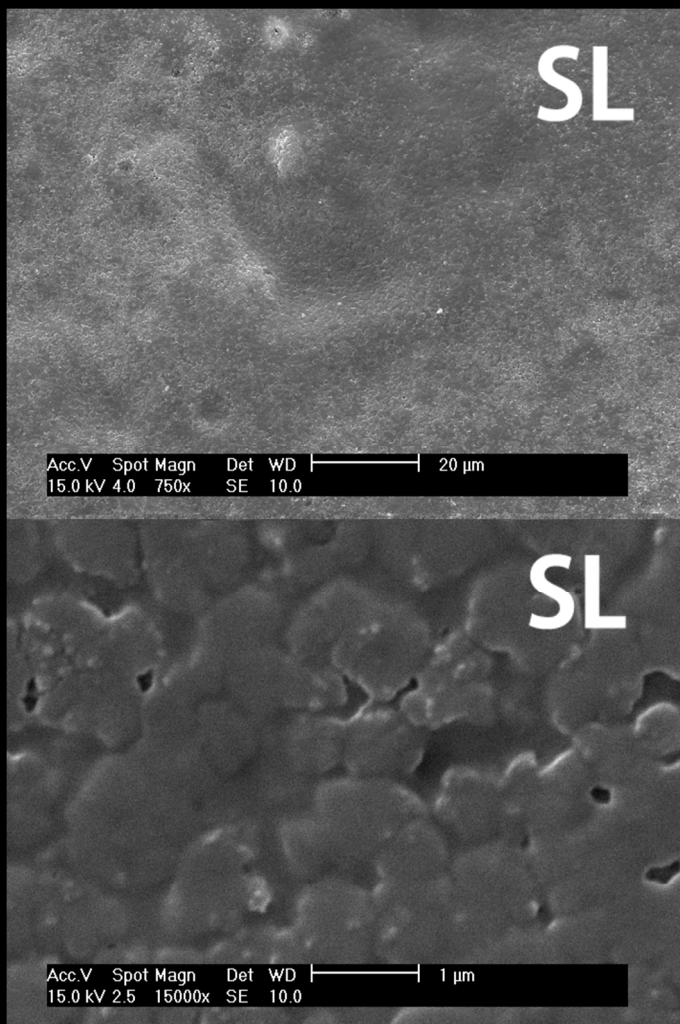


Figura 10 - Fotomicrografias obtidas em MEV representando o grupo sem limpeza pós-condicionamento (SL). A cerâmica e.max CAD foi condicionada com HF 10% por 20 s e lavada apenas em água corrente por 30s. É possível visualizar uma camada de resíduos cristalinos, em forma de esponja, cobrindo toda a superfície cerâmica.

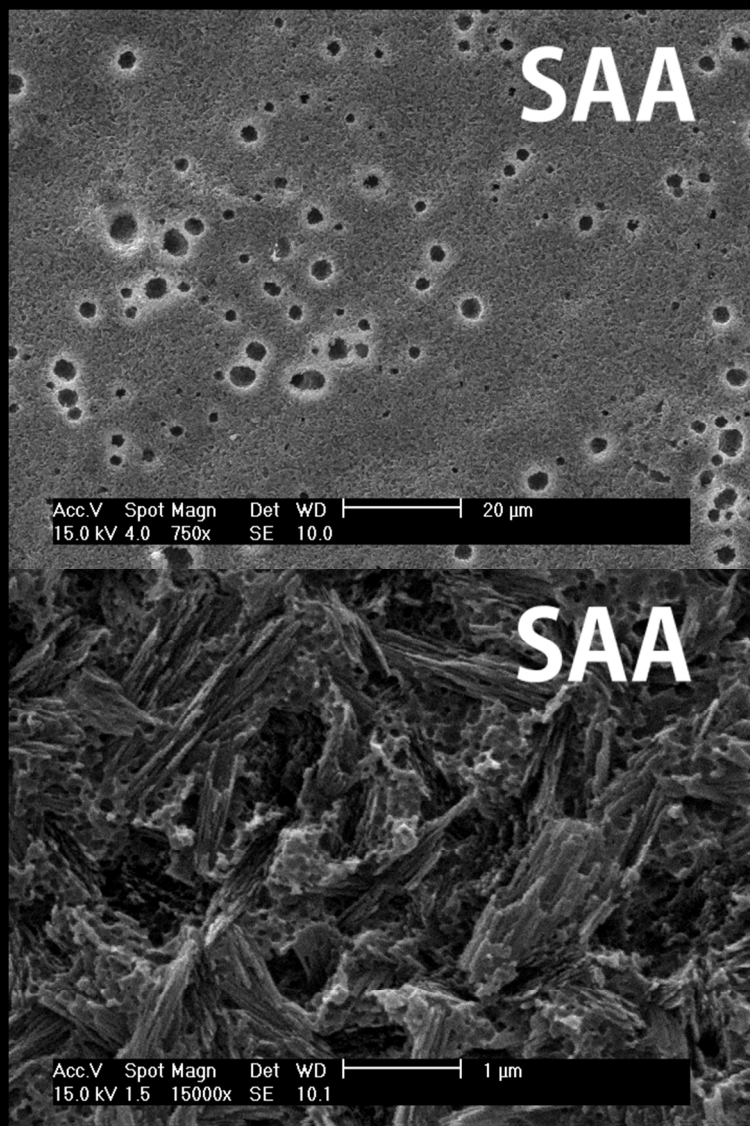


Figura 11 - Fotomicrografias obtidas em MEV representando o grupo SAA. A cerâmica e.max CAD foi condicionada com HF 10% por 20 s e limpa com um spray ar-água por 30s. Os resíduos foram completamente removidos e é possível visualizar microretenções e poros superficiais.

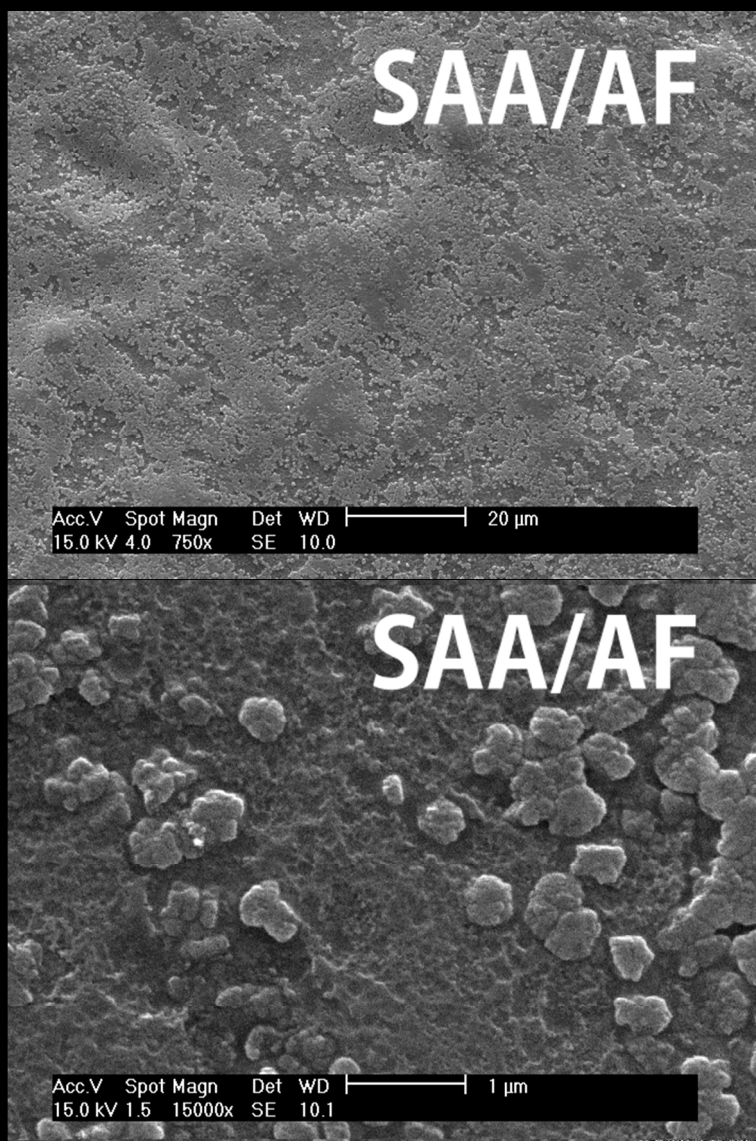


Figura 12- Fotomicrografias obtidas em MEV representando o grupo SAA/AF. A cerâmica e.max CAD foi condicionada com HF 10% por 20 s e limpa com um spray ar-água por 30s associado ao condicionamento adicional com ácido fosfórico 37% aplicado ativamente com um pincel descartável e lavado com água corrente por 30 s. Houve a formação de novos resíduos salinos que tornaram a superfície menos microretentiva.



## 4.4 ANÁLISE EDX

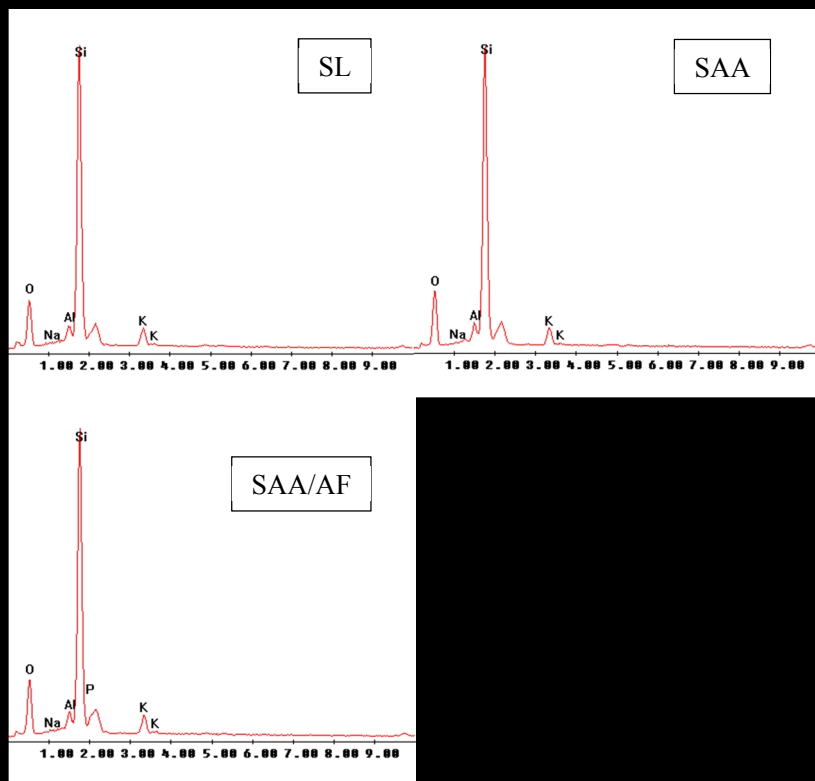


Figura 13 - Análise química de energia dispersiva dos 3 métodos de limpeza pós-condicionamento. Todos os grupos apresentam o mesmo perfil de composição e concentração química, onde picos são claramente associados aos elementos Si, Al, O, Na e K. Embora as microscopias tenham revelado presença de resíduos entre os cristais nos grupos SL e SAA/AF, o elemento químico Flúor (F) não foi detectado na superfície dessas amostras, indicando concentrações muito baixas ou que a composição dos resíduos não contém Flúor nessa cerâmica em particular. Todavia, o grupo SAA/AF apresentou um aumento na concentração de Fósforo (P) proveniente, provavelmente, da reação do ácido fosfórico com a cerâmica. Pode-se sugerir que o resíduo formado neste grupo seja um sal com presença de fósforo em sua composição, diferentemente do sal formado da reação com o ácido hidrofúorídrico.

Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
Oxigênio (O)	27.31	40.33	0.0856
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	0.13	0.14	0.0008
Alumínio (Al)	3.65	3.19	0.0312
Silício (Si)	62.02	52.18	0.5525
Fósforo (P)	0	0	0
Potássio (K)	6.89	4.16	0.0577

Quadro 1 – Distribuição química do grupo SL. Wt = peso.

Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
Oxigênio (O)	30.21	43.70	0.0987
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	0.12	0.12	0.0007
Alumínio (Al)	3.60	3.09	0.0305
Silício (Si)	60.15	49.58	0.5326
Fósforo (P)	0	0	0
Potássio (K)	5.92	3.51	0.0497

Quadro 2 – Distribuição química do grupo SAA. Wt = peso.

Elemento	Wt %	At %	K-Ratio
Oxigênio (O)	27.88	41.08	0.0883
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	0.80	0.82	0.0048
Alumínio (Al)	3.59	3.13	0.0305
Silício (Si)	55.69	46.74	0.4953
Fósforo (P)	6.09	4.63	0.0370
Potássio (K)	5.95	3.59	0.0498

Quadro 3– Distribuição química do grupo SAA/AF. Wt = peso.



## 5 DISCUSSÃO

Vários testes estão disponíveis para avaliar a resistência de união. Atualmente, o teste de microtração tem sido bastante utilizado para avaliar a resistência de união entre materiais a base de resina e substratos orgânicos (ex. esmalte, dentina) e inorgânicos (ex. cerâmicas) (DELLA BONA *et al.*, 2000, 2002; PASHLEY *et al.*, 1999, 1995). No presente estudo, foi utilizado o teste de microtração sem desgaste (“non-trimming”) proposto por Shono *et al.* (1999). Esta técnica proporciona uma distribuição dos estresses mais uniforme, devido à menor área transversa de superfície dos espécimes e ausência do estresse decorrente do preparo com ponta diamantada, e as falhas são localizadas mais frequentemente na interface adesiva (PASHLEY *et al.*, 1999; SHONO *et al.*, 1999). Ainda, podem-se obter múltiplos espécimes com um único bloco, e a variância decorrente do teste é, geralmente, reduzida entre 10-25%, provendo resultados mais homogêneos e consistentes. Todavia, como em todos os testes, existem limitações. O teste de microtração é altamente sensível à técnica de fabricação dos espécimes. O procedimento de corte com disco diamantado cria, invariavelmente, defeitos e microrachaduras que agem como áreas de concentração de estresses por onde fendas podem se iniciar e propagar (CARDOSO *et al.*, 2002; FERRARI *et al.*, 2002; SADEK *et al.*, 2005). Como resposta a isso, não é raro observar altos índices de falhas pré-teste decorrentes do corte. A literatura, ainda, apresenta-se controversa quanto ao número de blocos e filetes necessários, bem como, a inclusão ou não das falhas pré-teste nos cálculos estatísticos (FABIANELLI *et al.*, 2010). Todavia, é altamente recomendável que as superfícies fraturadas sejam avaliadas microscopicamente, visando promover uma descrição mais completa e consistente do processo de fratura e dos tipos de falha (DELLA BONA, A. *et al.*, 2003).

Diversos estudos utilizaram resina composta para avaliar a união resina-cerâmica ao invés do cimento resinoso. Todavia, os resultados dessa avaliação limitam-se ao reparo cerâmico utilizando resina composta. Muitos estudos falharam ao extrapolar seus achados para a condição de cimentação adesiva, visto às diferenças na composição e viscosidade dos materiais resinosos. Muitos dos estudos também não consideraram a importância da padronização da carga e tempo de cimentação. Sendo assim, para melhor refletir a realidade clínica de uma cimentação adesiva, foi empregado, no presente estudo,

um cimento resinoso e a cimentação foi realizada com carga e tempo padronizados (EL ZOHAIY *et al.*, 2003).

A carga e o tempo de cimentação foram selecionados com base na literatura, de modo a padronizar e também representar, de alguma forma, a situação clínica. Tempos maiores como 3 minutos (ESPINA, 2009; ROBERTY, 2008), 5 minutos (PEREIRA *et al.*, 2010) ou 10 minutos (MICHIDA *et al.*, 2003) poderiam favorecer as médias adesivas, pelo maior molhamento e embricamento micromecânico do cimento resinoso com a superfície cerâmica, o que comprometeria possíveis evidências laboratoriais. Além do mais, são tempos que dificilmente são executados clinicamente. Todavia, vale ressaltar, que a literatura ainda não apresenta um protocolo estabelecido para esta etapa laboratorial. A seleção, cuidadosamente adotada, de tempo e carga de cimentação visou potencializar a significância clínica dos achados laboratoriais.

A cimentação adesiva e a utilização de um ótimo protocolo adesivo são de importância crucial para a longevidade das restaurações indiretas que necessitam da adesão. O sucesso das restaurações cerâmicas vítreas é altamente dependente da obtenção de uma união confiável e duradoura, que deve integrar todas as partes do sistema (restauração e dente) em uma estrutura única através do cimento resinoso. Diversos estudos demonstram que a cimentação adesiva utilizando cimento resinoso, aumenta a resistência à fratura das restaurações cerâmicas vítreas, promove alta retenção, melhora a adaptação marginal e previne a microinfiltração pela penetração nas irregularidades de superfície e, dessa forma, inibe a propagação de fendas (BLATZ *et al.*, 2003; BURKE *et al.*, 1994; FILHO *et al.*, 2004; SCHERRER *et al.*, 1994). A resistência da união resina-cerâmica é controlada, primeiramente, pela microestrutura e tratamento de superfície da cerâmica (BORGES *et al.*, 2003; MAGNE; CASCIONE, 2006). Por essa razão é essencial que se realize um ótimo protocolo adesivo.

Clelland *et al.*, (2007) estudou a importância da integridade adesiva do complexo restaurador (cerâmica/cimento/dentina) na resistência à fadiga entre cerâmicas reforçadas por leucita e di-silicato de lítio. A quebra da ligação do cimento entre ambos os substratos reduziu significativamente a resistência à fadiga das restaurações cerâmicas, quando comparadas ao grupo controle (união ideal do complexo restaurador). A manutenção da integridade da interface cerâmica-cimento demonstrou ser mais importante na longevidade das restaurações cerâmicas, especialmente para a cerâmica reforçada por di-

silicato de lítio. Esses achados reforçam a importância do estudo da interface cerâmica-cimento resinoso, principalmente à cerâmica de di-silicato de lítio, e justificam a seleção apenas dessa interface para a avaliação.

O condicionamento com ácido hidrófluorídrico 10% por 20 s foi padronizado para todos os grupos. Os grupos limpos apenas com água de torneira (SL/SNA e SL/SA), apresentaram uma superfície coberta por uma camada espessa de resíduos cristalinos, com um aspecto de esponja. A composição desses resíduos é dependente da composição do agente condicionante e da cerâmica (BELLI *et al.*, 2009; CANAY *et al.*, 2001). Os grupos limpos apenas com spray ar-água (SAA/SNA e SAA/SA), revelaram uma micromorfologia padrão para a cerâmica de di-silicato de lítio. Para esse tipo de cerâmica, a dissolução preferencial da fase vítrea expõe os cristais de di-silicato de lítio, modificando a topografia de superfície com a criação de microporosidades, por onde os agentes de união podem penetrar e estabelecer a adesão. Através da análise em MEV, foi possível verificar que apenas o spray ar-água, foi efetivo na remoção mecânica dos resíduos cristalinos decorrentes da reação ácido-base entre o HF e a cerâmica. Interessantemente, a aplicação ativa do ácido fosfórico por 60 s, após a limpeza com spray ar-água, não produziu o mesmo padrão de limpeza. Por meio da análise em MEV, detectou-se uma diminuição aparente das microporosidades e presença generalizada de novos resíduos cristalinos globulares, decorrentes da utilização do ácido fosfórico.

A análise EDX revelou que todos os grupos apresentaram o mesmo perfil de composição e concentração química, onde picos foram claramente associados aos elementos Si, Al, O, Na e K. Embora as microscopias tenham revelado presença de resíduos entre os cristais nos grupos SL e SAA/AF, o elemento químico Flúor (F) não foi detectado na superfície dessas amostras, indicando concentrações muito baixas ou que a composição dos resíduos não contém Flúor nessa cerâmica em particular. Isso pode ser explicado pela limitação do teste em detectar concentrações inferiores à 2% (BELLI *et al.*, 2009; DELLA BONA; VAN NOORT, 1998). Curiosamente, apenas o grupo limpo com ácido fosfórico (SAA/AF) apresentou um aumento na concentração de Fósforo (P). Isso se deve, provavelmente, à reação do ácido fosfórico com a cerâmica. Pode-se sugerir que o resíduo formado neste grupo seja um sal com presença de fósforo em sua composição, diferentemente do sal formado da reação com o ácido hidrófluorídrico.

O presente estudo demonstrou haver influência significativa dos protocolos de limpeza pós-condicionamento, aquecimento do silano bem como a interação entre os dois na resistência de união à microtração entre cimento resinoso dual, Variolink II, e a cerâmica vítrea reforçada por di-silicato de lítio, IPS e.max CAD ( $p < 0.001$ ).

Considerando os protocolos de limpeza pós-condicionamento, verificou-se que os grupos limpos com água corrente de torneira, sem um protocolo especial de limpeza (SL), apresentaram significativamente menor do que os grupos limpos com spray ar-água somente (SAA) ou associado a um gel de ácido fosfórico 37% (SAA/AF), independentemente do tipo de secagem do silano. Isso pode ser explicado devido à presença dos resíduos cristalinos nos grupos sem limpeza (SL). Esses resíduos interferiram na penetração dos monômeros resinosos nas microrugosidades da cerâmica, prejudicando a  $\mu$ TBS. A remoção desses resíduos poderia ser realizada com uma escovação sob água morna (BAILEY; BENNETT, 1988), utilizando ácidos concentrados como HCl e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (30-40%) em solução de bifluoreto de amônio - NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub> (BAILEY; BENNETT, 1988), ácido fosfórico 37% (MAGNE; CASCIONE, 2006; BELLI *et al.*, 2009), ácido fosfórico 37% associado ao banho ultrasônico (MAGNE; CASCIONE, 2006; BELLI *et al.*, 2009), ou apenas o banho ultrasônico (PEUMANS *et al.*, 1999; CANAY *et al.*, 2001; BELLI *et al.*, 2009). Todavia, Belli *et al.* (2009), comprovaram a eficiência do simples spray ar-água em remover completamente os resíduos cristalinos e elevar a  $\mu$ TBS. O spray ar-água foi tão efetivo quanto o banho ultrasônico, tanto na análise micromorfológica sob MEV e EDX, como no teste de resistência de união à microtração.

No presente estudo, a limpeza apenas com spray ar-água (30 s, 4 bar, 10 mm) promoveu os melhores resultados de união quando comparada ao grupos SL e SAA/AF. O grupo SAA/AF/SNA ( $25.2 \pm 6.6^b$  MPa) obteve uma resistência de união significativamente menor do que o grupo SAA/SNA ( $32.3 \pm 9.4^a$  MPa). Em outras palavras, a utilização do spray ar-água (30 s) seguido pela fricção com gel de ácido fosfórico 37% (1 min) foi prejudicial à  $\mu$ TBS, comparado à limpeza apenas com spray ar-água quando o silano foi utilizado conforme orientação do fabricante (seco em temperatura ambiente). Contrariamente, Belli *et al.* (2009) detectaram não haver diferença entre a limpeza utilizando spray ar-água somente ou ácido fosfórico e/ou banho ultrasônico para as cerâmicas de leucita (IPS Empress I) e di-silicato de lítio (IPS Empress II). A explicação se dá, pela combinação do protocolo de limpeza adotado no presente estudo, utilizando spray ar-

água previamente ao ácido fosfórico, bem como, da utilização do gel ácido de forma ativa (esfregando). Dessa forma, o gel ácido agiu sobre uma superfície previamente limpa, tendo maior potencial reacional, criando novos resíduos e diminuindo a energia de superfície pela diminuição das microporosidades. Esse protocolo (SAA/AF) foi adotado, pois é frequentemente divulgado e utilizado na clínica, porém, não haviam estudos que avaliassem essa interação do spray ar-água com o ácido fosfórico sem a posterior utilização de um banho ultrasônico. Sendo assim, uma complementação dessa limpeza deveria ser realizada utilizando um novo spray ar-água, ou ainda, o banho ultrasônico visando limpar completamente a superfície cerâmica e obter a máxima resistência de união.

O presente estudo confirmou a importância da limpeza pós-condicionamento na  $\mu$ TBS entre cimento/cerâmica. Estudos revelam que, em média, a omissão da limpeza pós-condicionamento pode reduzir a resistência de união em 50% (BAILEY; BENNETT, 1988; MAGNE; CASCIONE, 2006). O presente estudo corrobora os outros achados presentes na literatura, pois a omissão da limpeza pós-condicionamento reduziu a resistência de união em aproximadamente 100%, para o grupo sem aquecimento do silano, e aproximadamente 50%, quando o silano foi aquecido, em comparação com os grupos limpos apenas com o spray ar-água ou com associação do ácido fosfórico. Sendo assim, o simples spray ar-água pode ser utilizado visando obter a máxima resistência de união sem necessitar de um passo adicional ou gastos com materiais e equipamentos de alto custo (ex. ácido fosfórico e cuba ultrasônica).

A aplicação do silano sobre a superfície cerâmica cria três camadas estruturais de propriedades variadas. Diferentes protocolos de aquecimento reportados na literatura incluem 100°C por 60 s utilizando um aquecedor de cabelo (FABIANELLI *et al.*, 2010; ROULET *et al.*, 1995), 100°C em forno por 2 minutos (HOOSHMAND *et al.*, 2002) e 5 minutos (BAILEY; BENNETT, 1988), 60°C em forno por 60 minutos (BARGHI *et al.*, 2000), 50°C por 15 s utilizando um secador de cabelo (HOOSHMAND *et al.*, 2002), 45°C por 2 minutos com secador de cabelo (SHEN; OH; *et al.*, 2004), 38°C utilizando secador de cabelo (MONTICELLI *et al.*, 2006) e aplicação de água fervente por 5 s (PEREIRA *et al.*, 2010) e 15 s (QUEIROZ *et al.*, 2012). O aumento da temperatura, condensa as 3 camadas estruturais iniciais do silano em uma única camada, elimina mais água, álcool e outros subprodutos da reação de condensação do silano, promovendo maior número de ligações covalentes siloxano (silano – sílica) com a cerâmica e, com isso, aumenta a resistência de união resina-cerâmica (FABIANELLI *et*



*al.*, 2010; SHEN *et al.*, 2004). Dessa forma, o aquecimento do silano poderia aumentar a união química do silano com a cerâmica bem como dentro da própria estrutura tridimensional da camada de silano (FABIANELLI *et al.*, 2010; QUEIROZ *et al.*, 2012; SHEN *et al.*, 2004). O presente estudo utilizou um secador de cabelo que aqueceu o silano em  $100\pm 5^{\circ}\text{C}$  durante 1 minuto.

Considerando o método de secagem do silano, verificou-se que houve influência significativa entre os grupos SL/SNA (0.0 MPa) e SL/SA ( $11.3 \pm 3.2$  MPa). Houve uma interação significativa entre os protocolos de limpeza e secagem do silano. O aquecimento do silano elevou, porém não estatisticamente, a média de união para o protocolo de limpeza SAA/AF e reduziu, porém não estatisticamente, para a limpeza com SAA. Dessa forma, o grupo SAA/AF/SA alcançou uma similaridade ao grupo SAA/SNA, que obteve a maior média de resistência de união, porém sem necessitar do aquecimento do silano. Isso significa dizer que, o aquecimento do silano foi benéfico para o grupo limpo em água corrente e limpo com ácido fosfórico. Todavia, vale ressaltar que, a simples limpeza com spray ar-água e utilização do silano sem aquecimento teve, estatisticamente, a mesma efetividade. Além disso, não necessita de um material adicional, nem de um equipamento para aquecer o silano. Outros estudos mostram não haver influência do aquecimento do silano na resistência de união, e que os resultados dependeram também do tipo de silano empregado (CARVALHO *et al.*, 2011; MONTICELLI *et al.*, 2006). Deve-se, ainda, lembrar que a aplicabilidade clínica do aquecimento do silano é um tópico que merece apreciação, pois, a utilização de altas temperaturas pode não ser suportável pelo paciente, quando se deseja, por exemplo, realizar um reparo cerâmico intra-oral.

Os tipos de falhas para os grupos limpos em água de torneira (SL/SNA e SL/SA) foram, na maioria, adesivas. Os grupos limpos com spray ar-água apenas ou associado ao ácido fosfórico, apresentaram predomínio da falha do tipo mista, independentemente do método de secagem do silano. Essa alteração do padrão de falha está associada à diferença na resistência de união. Falhas do tipo mista e coesiva são preferíveis clinicamente às falhas adesivas, já que as falhas adesivas são geralmente atribuída à menores valores de resistência de união (HOOSHMAND *et al.*, 2002; TOLEDANO *et al.*, 2007).

Neste estudo, utilizou-se apenas um tipo e marca comercial de silano. Os resultados da presente pesquisa devem ser interpretados com cautela, visto às limitações inerentes a qualquer estudo laboratorial. Mais estudos devem ser realizados visando avaliar a efetividade desses

protocolos na longevidade das restaurações cerâmicas, como manutenção da força adesiva, resistência à fratura e resistência ao deslocamento e retenção clínica.



## 6 CONCLUSÃO

Dentro dos limites do presente estudo pode-se concluir que:

1. Os diferentes resíduos formados pela aplicação de ambos os ácidos (HF e AF), reduziram a  $\mu$ TBS para a cerâmica de di-silicato de lítio.
2. O spray ar-água (4bar, 30s, 1cm) foi o método de limpeza pós-condicionamento mais efetivo na remoção dos resíduos e gerou as maiores médias de resistência de união.
3. O aquecimento do silano (100°C, 1min) não demonstrou ser um passo relevante na cimentação adesiva quando a cerâmica foi devidamente limpa.



## REFERÊNCIAS

AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 73, n. 5, p. 464-470, maio 1995.

ALEX, G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. **Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, N.J.: 1995)**, v. 29, n. 6, p. 324-335; quiz 336, ago 2008.

BAILEY, L. F.; BENNETT, R. J. DICOR surface treatments for enhanced bonding. **Journal of Dental Research**, v. 67, n. 6, p. 925-931, jun 1988.

BARGHI, N.; BERRY, T.; CHUNG, K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 27, n. 5, p. 407-412, maio 2000.

BEGAZO, C. C.; BOER, H. D. DE; KLEVERLAAN, C. J.; WAAS, M. A. J. VAN; FEILZER, A. J. Shear bond strength of different types of luting cements to an aluminum oxide-reinforced glass ceramic core material. **Dental Materials**, v. 20, n. 10, p. 901-907, dez 2004.

BELLI, R.; GUIMARÃES, J. C.; FILHO, A. M.; VIEIRA, L. C. Post-etching Cleaning and Resin/Ceramic Bonding: Microtensile Bond Strength and EDX Analysis. **The Journal of Adhesive Dentistry**, 9 nov 2009.

BLATZ, M. B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 3, p. 268-274, mar 2003.

BORGES, G. A.; SOPHR, A. M.; GOES, M. F. DE; SOBRINHO, L. C.; CHAN, D. C. N. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 5, p. 479-488, maio 2003.

BURKE, F. J. T.; WATTS, D. C. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. **Quintessence International**, v. 25, n. 5, p. 335-340, 1994.

BURKE, F. J.; WILSON, N. H.; WATTS, D. C. Fracture resistance of teeth restored with indirect composite resins: the effect of alternative luting procedures. **Quintessence International (Berlin, Germany: 1985)**, v. 25, n. 4, p. 269-275, abr 1994.

CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface 1. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 28, n. 1, p. 95-101, jan 2001.

CARDOSO, P E C; SADEK, F. T.; GORACCI, C.; FERRARI, M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 4, n. 4, p. 291-297, 2002.

CARVALHO, R. F. DE; MARTINS, M. E. M. N.; QUEIROZ, J. R. C. DE; LEITE, F. P. P.; OZCAN, M. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. **Dental Materials Journal**, v. 30, n. 3, p. 392-397, 2011.

CLELLAND, N. L.; RAMIREZ, A.; KATSUBE, N.; SEGHI, R. R. Influence of bond quality on failure load of leucite- and lithia disilicate-based ceramics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 97, n. 1, p. 18-24, jan 2007.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K J; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 2, n. 4, p. 305-313, 2000.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, KENNETH J; HOOD, J. A. A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 15, n. 3, p. 248-253, jun 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, KENNETH J; MECHOLSKY, J. J., Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dental Materials**, v. 19, n. 8, p. 693-699, dez 2003.

DELLA BONA, A.; NOORT, R VAN. Ceramic surface preparations for resin bonding. **American Journal of Dentistry**, v. 11, n. 6, p. 276-280, dez 1998.

DIETSCHI, D.; MAEDER, M.; MEYER, J.-M.; HOLZ, J. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. **Quintessence International**, v. 21, n. 10, p. 823-831, 1990.

EL ZOHAIRY, A. A.; GEE, A. J. DE; MOHSEN, M. M.; FEILZER, A. J. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. **Dental Materials**, v. 19, n. 7, p. 575-583, nov 2003.

ESPINA, L. T. **Influência de diferentes técnicas e agentes de cimentação na resistência adesiva da cerâmica à dentina**. [S.l.]: Dissertação (Mestrado em Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis., 2009.

FABIANELLI, A.; POLLINGTON, S.; PAPACCHINI, F. *et al.* The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. **Journal of Dentistry**, v. 38, n. 1, p. 39-43, jan 2010.

FERRARI, M.; GORACCI, C.; SADEK, F.; EDUARDO, P.; CARDOSO, C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. **European Journal of Oral Sciences**, v. 110, n. 5, p. 385-391, out 2002.

FILHO, A. M. **Adesão de resina composta à cerâmica: Avaliação do efeito do armazenamento e termociclagem na resistência de união**. p. Tese - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

FILHO, A. M.; VIEIRA, L. C. C.; ARAÚJO, E.; MONTEIRO JÚNIOR, S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **Journal of Prosthodontics**, v. 13, n. 1, p. 28-35, mar 2004.

HILL, E. E. Dental Cements for Definitive Luting: A Review and Practical Clinical Considerations. **Dental Clinics of North America**, v. 51, n. 3, p. 643-658, 2007.



HOOSHMAND, T.; NOORT, RICHARD VAN; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dental Materials**, v. 18, n. 2, p. 179-188, mar 2002.

JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Correlation of Topography to Bond Strength of Etched Ceramic. **International Journal of Prosthodontics**, v. 12, n. 1, p. 59-64, jan 1999a.

JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Surface energy of etched ceramic. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 12, n. 5, p. 415-418, out 1999b.

KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, MITSURU. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material, , , ,. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 79, n. 5, p. 508-513, 1998.

KATO, H.; MATSUMURA, H.; IDE, T.; ATSUTA, M. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 28, n. 1, p. 102-108, jan 2001.

KUSSANO, C. M.; BONFANTE, G.; BATISTA, J. G.; PINTO, J. H. N. Evaluation of shear bond strength of composite to porcelain according to surface treatment. **Brazilian Dental Journal**, v. 14, n. 2, 2003.

LIN, J.; MEHL, C.; YANG, B.; KERN, M. Durability of four composite resin cements bonded to dentin under simulated pulpal pressure. **Dental Materials**, v. 26, n. 10, p. 1001-1009, out 2010.

MAGNE, P.; CASCIONE, D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 96, n. 5, p. 354-361, nov 2006.

MICHIDA, S. M. DE A.; VALANDRO, L. F.; YOSHIGA, S. *et al.* Efeito do tratamento de superfície de uma cerâmica aluminizada infiltrada de vidro sobre a resistência à microtração. **Journal of Applied Oral Science**, v. 11, n. 4, dez 2003.

MONTICELLI, F.; TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; FERRARI, M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. **Dental Materials**, v. 22, n. 11, p. 1024-1028, nov 2006.

PASHLEY, D H; CARVALHO, R. M.; SANO, H. *et al.* The microtensile bond test: a review. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 1, n. 4, p. 299-309, 1999.

PASHLEY, D H; SANO, H.; CIUCCHI, B.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R. M. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dental Materials**, v. 11, n. 2, p. 117-125, mar 1995.

PEREIRA, C. N. DE B.; BUONO, V. T. L.; MOTA, J. M. L. DE F. The influence of silane evaporation procedures on microtensile bond strength between a dental ceramic and a resin cement. **Indian Journal of Dental Research**, v. 21, n. 2, p. 238-243, jun 2010.

PEUMANS, M.; HIKITA, K.; MUNCK, J. DE; *et al.* Effects of ceramic surface treatments on the bond strength of an adhesive luting agent to CAD-CAM ceramic. **Journal of Dentistry**, v. 35, n. 4, p. 282-288, 2007.

PEUMANS, M.; MEERBEEK, B. VAN; YOSHIDA, Y.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. **Dental Materials**, v. 15, n. 2, p. 105-119, mar 1999.

PHOENIX, R. D.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 8, n. 2, p. 187-194, abr 1995.

POTICNY, D. J.; KLIM, J. CAD/CAM in-office technology: innovations after 25 years for predictable, esthetic outcomes. **Journal of the American Dental Association (1939)**, v. 141 Suppl 2, p. 5S-9S, jun 2010.

PRAKKI, A.; CILLI, R.; COSTA, A. U. DA; *et al.* Effect of resin luting film thickness on fracture resistance of a ceramic cemented to dentin. **Journal of Prosthodontics**, v. 16, n. 3, p. 172-178, jun 2007.

QUEIROZ, J. R. C.; BENETTI, P.; OZCAN, M. *et al.* Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. **Dental Materials**, v. 28, n. 2, p. 189-196, fev 2012.

ROBERTY, E. **A influência de diferentes técnicas e sistemas de cimentação na resistência de união de uma cerâmica reforçada por leucita à dentina.** [S.l.]: Dissertação (Mestrado em Odontologia – opção Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis., 2008.

ROSENSTIEL, S. F.; LAND, M. F.; CRISPIN, B. J. Dental luting agents: A review of the current literature. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 80, n. 3, p. 280-301, 1998.

ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **Journal of Dental Research**, v. 74, n. 1, p. 381-387, jan 1995.

SADEK, F. T.; CURY, A. H.; MONTICELLI, F.; FERRARI, M.; CARDOSO, PAULO E CAPEL. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. **Dental Materials**, v. 21, n. 12, p. 1144-1149, dez 2005.

SCHERRER, S. S.; RIJK, W. G. DE; BELSER, U. C.; MEYER, J. M. Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. **Dental Materials**, v. 10, n. 3, p. 172-177, maio 1994.

SHEN, C.; OH, W.-SUCK; WILLIAMS, J. R. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 91, n. 5, p. 453-458, 2004.

SHONO, Y.; OGAWA, T.; TERASHITA, M. *et al.* Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **Journal of Dental Research**, v. 78, n. 2, p. 699-705, fev 1999.

SORENSEN, J. A.; KANG, S. K.; AVERA, S. P. Porcelain-composite interface microleakage with various porcelain surface treatments. **Dental Materials**, v. 7, n. 2, p. 118-123, abr 1991.

STEWART, G. P.; JAIN, P.; HODGES, J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 88, n. 3, p. 277-284, 2002.

TOLEDANO, M.; OSORIO, R.; OSORIO, E. *et al.* Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. **Dental Materials**, v. 23, n. 7, p. 885-892, jul 2007.



## **APÊNDICE A – Tabelas de resultados**













